

На правах рукописи



ЖЕРЕБЦОВ Сергей Валерьевич

СТРУКТУРНЫЕ ИЗМЕНЕНИЯ В ХОДЕ БОЛЬШОЙ ПЛАСТИЧЕСКОЙ
ДЕФОРМАЦИИ И РАЗВИТИЕ МЕТОДОВ ПОЛУЧЕНИЯ
УЛЬТРАМЕЛКОЗЕРНИСТОЙ СТРУКТУРЫ В ПОЛУФАБРИКАТАХ ИЗ
СПЛАВОВ НА ОСНОВЕ ТИТАНА

Специальность 05.16.01

Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов

АВТОРЕФЕРАТ

диссертации на соискание ученой степени доктора технических наук

Екатеринбург - 2013

Работа выполнена в ФГАОУ ВПО «Белгородский государственный национальный исследовательский университет»

Научный консультант доктор технических наук, профессор
САЛИЩЕВ ГЕННАДИЙ АЛЕКСЕЕВИЧ.

Официальные оппоненты: СКВОРЦОВА СВЕТЛАНА ВЛАДИМИРОВНА
доктор технических наук, профессор.
ФГБОУ ВПО «МАТИ - Российский
государственный технологический университет
им. К.Э. Циолковского», профессор кафедры
материаловедения и технологии материалов.

ПУШИН ВЛАДИМИР ГРИГОРЬЕВИЧ
заслуженный деятель науки РФ,
доктор физико-математических наук, профессор.
ФГБУН Ордена Трудового Красного Знамени
Институт физики металлов Уральского
отделения РАН, заведующий лабораторией
цветных металлов.

МАКАРОВ АЛЕКСЕЙ ВИКТОРОВИЧ
доктор технических наук, старший научный
сотрудник.
ФГБУН Институт машиноведения Уральского
отделения РАН, заведующий лабораторией
конструкционного материаловедения.

Ведущая организация: ОАО «Корпорация ВСМПО-АВИСМА»

Защита состоится «14» июня 2013г. в 15:00 на заседании диссертационного совета Д 212.285.04 на базе ФГАОУ ВПО «Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина» по адресу: 620002, г. Екатеринбург, ул. Мира, 28, ауд. Мт-329.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке ФГАОУ ВПО «Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина».

Автореферат разослан «13» марта 2013г.

Ученый секретарь
диссертационного совета Д 212.285.04



Мальцева Л.А.

Общая характеристика работы

Актуальность проблемы. Одним из перспективных подходов к повышению механических свойств конструкционных материалов является формирование в них ультрамелкозернистой (УМЗ) структуры с размером зерен менее 1 мкм. По сравнению с крупнозернистыми аналогами УМЗ материалы обладают существенно более высокими значениями статической и циклической прочности, твердости и износостойкости, что дает возможность снизить габариты деталей при сохранении их эксплуатационных качеств. Это особенно актуально для титана и титановых сплавов, которые в силу малой плотности, высокой удельной прочности и отличной коррозионной стойкости востребованы в тех отраслях, где вес и размер изделия являются чрезвычайно важными параметрами, т.е. в авиации, космонавтике, кораблестроении, автомобилестроении, медицине и т.д.

Еще одна особенность УМЗ материалов связана со снижением температуры сверхпластичности на несколько сотен градусов по сравнению с традиционными режимами. Это дает существенные технологические преимущества при реализации таких операций, как сверхпластическая штамповка, формовка и диффузионная сварка за счет снижения энергозатрат, повышения экологичности производства (исключается операция химического травления для удаления альфированного слоя) и использования более дешевых штамповых сталей. Кроме того, низкотемпературная сверхпластичность не приводит к значительному укрупнению микроструктуры, тем самым сохраняя высокую прочность УМЗ материала.

Измельчение микроструктуры металлических материалов до УМЗ состояния может быть достигнуто за счет деформации до больших степеней ($\epsilon > 1\div 2$) при пониженных температурах $T < (0,3\div 0,4)T_{пл.}$ (некоторые виды такой деформационной обработки называют, также, интенсивной пластической деформацией (ИПД)). Однако существующие в настоящее время методы получения УМЗ структуры имеют ряд ограничений, как по габаритам, так и по номенклатуре производимых полуфабрикатов; кроме того в большинстве случаев для реализации ИПД необходимо использовать специальное оборудование.

Известно, что в основе формирования УМЗ структуры в ходе большой деформации при пониженных температурах лежит явление фрагментации, которое наблюдается в различных металлах при разных способах деформации (В.В. Рыбин). Поскольку титановые сплавы традиционно подвергаются различным видам деформационной обработки (ковка, прокатка, экструзия и т.д.), существует возможность получения УМЗ структуры обычными методами обработки металлов давлением. Однако, систематические данные по закономерностям эволюции структуры в различных условиях деформации до больших степеней, на основании которых можно было бы определить рациональные режимы и методы получения УМЗ структуры в титановых сплавах, практически отсутствуют. Поэтому

разработка эффективных способов производства крупногабаритных УМЗ полуфабрикатов с улучшенными механическими свойствами из сплавов на основе титана с использованием традиционных методов обработки металлов давлением представляет собой серьезную научную и техническую задачу, решение которой имеет важное хозяйственное значение.

В этой связи, прежде всего, требуется определить влияние различных факторов (температура, скорость, степень и способ деформации, исходное состояние материала и пр.) на механизмы, контролирующие трансформацию структуры в условиях деформационной обработки до больших степеней при пониженных температурах и кинетику формирования УМЗ структуры в объемных заготовках из титановых сплавов. Хотя в последние годы была проведена большая работа, направленная на понимание особенностей эволюции микроструктуры и механических свойств в различных металлах и сплавах в ходе большой деформации, имеющиеся данные во многом не полные. Кроме того, большинство исследований было проведено на металлических материалах, преимущественно однофазных или с матричным типом структуры и имеющих кубическую решетку (ОЦК или ГЦК). Между тем, очевидно, что закономерности, установленные для таких металлов и сплавов, не могут быть непосредственно перенесены на титан с менее симметричной гексагональной решеткой и, тем более, на его двухфазные сплавы.

С целью практической реализации выявленных закономерностей необходимо установить кинетику измельчения структуры, характерную для различных способов и маршрутов деформации, и предложить на этой основе режимы деформационной обработки, основанные на традиционных методах обработки металлов давлением и позволяющие получать УМЗ полуфабрикаты из титана и титановых сплавов.

И, наконец, для оценки возможности использования УМЗ титановых сплавов в качестве конструкционных материалов, ключевым, но до сих пор еще слабоизученным, является вопрос о комплексе механических характеристик и границах применимости УМЗ титана и титановых сплавов, а также способах повышения свойств прочности, усталости, пластичности и трещиностойкости. Это особенно важно для сплавов на основе титана, учитывая преимущественную направленность их использования в тех отраслях промышленности, где вопрос эксплуатационной живучести конструкций является приоритетным.

Таким образом, **целью настоящей работы** явилось установление кинетики и механизмов эволюции структуры титана и титановых сплавов в ходе большой деформации в широком интервале температур и выбор на этой основе условий деформационно-термической обработки для формирования однородной ультрамелкозернистой структуры в объемных полуфабрикатах с целью получения в них высокого уровня механических свойств. В соответствии с этим

в работе были поставлены следующие задачи:

1. На примере титановых сплавов различного класса установить закономерности влияния исходного структурно-фазового состояния, температуры и степени деформации, а также способа нагружения на механическое поведение, кинетику и механизмы структурных изменений при $T < 0,55T_{пл.}$ и определить условия формирования однородного УМЗ состояния.
2. Разработать и обосновать режимы получения объемных полуфабрикатов из титана и титановых сплавов с УМЗ структурой и улучшенным комплексом механических свойств путем большой пластической деформацией с использованием традиционных методов обработки металлов давлением.
3. Определить комплекс механических свойств УМЗ титана и его сплавов и выявить возможность повышения прочности, пластичности, трещиностойкости и выносливости деформационно-термическими методами и посредством модификации поверхности.

Положения, выносимые на защиту:

1. Закономерности структурных изменений сплавов на основе титана в зависимости от исходного состояния, температуры, степени и способа деформации, послужившие основой для развития методов получения УМЗ структуры в объемных полуфабрикатах.
2. Последовательность механизмов, контролирующей эволюцию структуры титана в α -области в ходе горячей, теплой и холодной деформации. Результаты определения минимального размера зерен, до которого в технически чистом титане может развиваться двойникование.
3. Механизм и кинетика сфероидизации пластинчатой структуры в двухфазных титановых сплавах при температурах $T < 0,55T_{пл.}$. Результаты расчета энергии террасированной межфазной границы в двухфазных титановых сплавах и изменения энергии межфазной границы в ходе деформации.
4. Кинетика формирования УМЗ структуры в титане и титановых сплавах при различных способах деформации.
5. Режимы получения крупногабаритных листовых, объемных и прутковых полуфабрикатов с УМЗ структурой из сплавов на основе титана с использованием традиционных методов обработки металлов давлением.
6. Комплекс механических свойств УМЗ титана и двухфазных титановых сплавов при комнатной и повышенных температурах.
7. Методы повышения прочности, пластичности, трещиностойкости и выносливости УМЗ двухфазных титановых сплавов деформационно-термическими методами и посредством модификации поверхности.

Научная новизна: На примере технически чистого титана и двухфазных титановых сплавов с использованием различных способов деформации проведено систематическое исследование механического поведения, кинетики и

механизмов эволюции структуры в зависимости от исходного структурно-фазового состояния, температуры и степени деформации.

На основании анализа зависимости размера формирующихся зерен от напряжения течения (температуры деформации) и эволюции микроструктуры в ходе деформации в α -области технически чистого титана установлено существование трех температурных областей, контролируемых различными механизмами: прерывистой динамической рекристаллизацией в области горячей деформации ($T > 0,5T_{пл.}$); двойникованием, фрагментацией и непрерывной динамической рекристаллизацией в области теплой деформации ($T \approx 0,35-0,5T_{пл.}$); двойникованием и фрагментацией в области холодной деформации ($T < 0,35T_{пл.}$).

Для холодной деформации титана определен минимальный размер зерен, до которого микроструктура измельчается посредством деформационного двойникования; дальнейшее уменьшение размера зерен происходит за счет фрагментации. Показано, что интенсификация двойникования при снижении температуры, увеличении размера зерен и повышении чистоты титана ускоряет кинетику формирования УМЗ структуры в ходе большой деформации.

Установлено, что трансформация пластинчатой структуры в глобулярную в двухфазных титановых сплавах в ходе деформации при пониженных температурах $\alpha+\beta$ области $T \approx (0,45-0,55)T_{пл.}$ происходит путем деления пластин по механизму образования и роста канавок на межфазной поверхности и сфероидизации частей пластин по растворо-осадительному механизму, что, в целом, аналогично структурным изменениям, наблюдаемым при деформации в верхней части двухфазной области при $T > 0,55T_{пл.}$.

Впервые выполнен расчет энергии террасированной межфазной границы в двухфазных титановых сплавах и показано изменение энергии межфазной границы с деформацией. Определена кинетика деления пластин/прослоек фаз в двухфазных титановых сплавах в зависимости от энергии и когерентности межфазных границ и развития динамической рекристаллизации в фазах. Показана интенсификация фрагментации после потери когерентности межфазными границами и увеличения разориентировки внутрифазных границ до высокоугловой.

Установлено, что, с одной стороны, увеличение количества β -фазы в сплавах переходного класса замедляет деление и сфероидизацию α -пластин в ходе деформации по сравнению со сплавами мартенситного класса, а, с другой стороны, протекание фазового $\beta \rightarrow \alpha$ превращения в сплавах с метастабильной β -фазой способствует формированию УМЗ структуры.

Проведено систематическое исследование формирования УМЗ структуры в титане и двухфазных титановых сплавах при различных способах деформации (осадка, всесторонняя изотермическая деформация, листовая, винтовая и сортовая прокатки, равноканальное угловое прессование, гидростатическая

экструзия, винтовая экструзия, ротационная ковка). Анализ кинетики эволюции структуры, выполненный с помощью модифицированного уравнения Джонсона-Мела-Аврами-Колмогорова, показал более быстрое измельчение микроструктуры в двухфазных сплавах с пластинчатой морфологией фаз по сравнению с титаном. Установлено, что при немонокотных способах деформации, вследствие более быстрой общей кинетики измельчения, требуется меньшая степень для формирования ультрамелкозернистой структуры по сравнению с монокотной деформацией.

Впервые исследован комплекс механических свойств титана и двухфазных титановых сплавов с УМЗ структурой при комнатной и повышенных температурах и проведено сравнение с соответствующими характеристиками рекристаллизованного титана и термически упрочненных титановых сплавов с мелкозернистой структурой. При комнатной температуре установлено увеличение прочности, твердости и многоциклового усталости титановых сплавов в УМЗ состоянии, однако, тем меньшее, чем выше их легированность и соответствующие вклады твердорастворного и дисперсионного упрочнения. На примере сплава ВТ6 показано снижение при формировании УМЗ структуры равномерного удлинения, ударной вязкости и трещиностойкости при комнатной температуре, кратковременной и длительной прочности при температурах выше 300°C. Предложен подход к повышению характеристик пластичности, вязкости и трещиностойкости, заключающийся в использовании структуры бимодального типа, состоящей из микронного размера частиц α -фазы в УМЗ смеси α - и β -фаз. Установлено, что уменьшение размера зерен до УМЗ состояния в сплаве ВТ6 позволяет наблюдать эффект сверхпластичности при критически низкой температуре 550°C с показателями, характерными для обычной высокотемпературной сверхпластичности.

Практическая значимость: Результаты систематического исследования влияния исходного структурно-фазового состояния, температуры, степени и способа деформации на эволюцию структуры сплавов на основе титана позволили определить условия формирования однородной УМЗ структуры в объемных полуфабрикатах посредством различных деформационно-термических обработок, основанных на традиционных методах обработки металлов давлением.

Для различных способов деформации (осадка, листовая, винтовая и сортовая прокатка, гидростатическая экструзия, ротационная ковка) разработаны и опробованы режимы обработки титана ВТ1-0 и ВТ6 и получены крупногабаритные листовые (500×250×0,3мм и 1500×250×1мм из ВТ1-0 и ВТ6, соответственно), объемные (Ø80×200мм и Ø150×200мм из ВТ1-0 и ВТ6, соответственно) и прутковые (диаметр до 15мм, длина более 1500мм для обоих материалов) полуфабрикаты с однородной УМЗ структурой и высоким уровнем механических свойств.

Установлено, что кинетика формирования УМЗ структуры в титане и двухфазных титановых сплавах при заданной температуре в основном контролируется морфологией и дисперсностью структуры и маршрутом деформации.

На основании исследования комплекса механических свойств (прочность и пластичность при комнатной и повышенной температурах, много- и малоцикловая усталость, ударная вязкость, скорость роста усталостной трещины, вязкость разрушения, сопротивление ползучести, длительная прочность, сверхпластичность) показана целесообразность применения сплава ВТ6 в УМЗ состоянии для изготовления лопаток компрессора авиационного газотурбинного двигателя с повышенными характеристиками прочности, твердости и сопротивлением многоциклового усталости и способных работать при температуре до 300°C. Характеристики трещиностойкости и ударной вязкости лопаток с УМЗ структурой, полученных штамповкой в режиме низкотемпературной сверхпластичности, удовлетворяют требованиям отраслевых стандартов и могут быть дополнительно повышены без существенной потери прочности термической обработкой или формированием структуры бимодального типа с микронными зёрнами α -фазы в УМЗ смеси α - и β -фаз.

Личный вклад соискателя состоит в выборе направления исследований, постановке задач и разработке плана работ, обработке и анализе полученных результатов. Все этапы экспериментальных и теоретических исследований выполнены лично соискателем или при его непосредственном участии.

Отдельные разделы диссертации являлись частью следующих исследований, выполненных под руководством или при непосредственном участии автора: проекты МНТЦ: 2124, 3184; гранты РФФИ: 10-08-00701-а, 12-08-97544-р_центр_а; государственные контракты ФАО/МОН: П937, П2486, 14.А18.21.1637; договор 062/05/02 по государственному контракту 02.447.11.2002; договора 50/11/184-11 и ТП-07/05-12 в рамках реализации постановления 218; договор 130/08/219-2008 по государственному контракту 02.523.12.3021.

Апробация работы. Материалы работы доложены и обсуждены на следующих российских и международных конференциях и семинарах:

Titanium'99 (Санкт-Петербург, 1999); Титан в СНГ (Санкт-Петербург, 2007) Nanomaterials by Severe Plastic Deformation NanoSPD (Москва, 1999; Австрия, 2002; Германия, 2008, Китай, 2011); Superplasticity in Advanced Materials, ICSAM (США, 2000; Великобритания, 2003; Китай, 2006; Франция 2012); Recrystallization and Grain Growth (Германия, 2001; Великобритания, 2010); Мезоструктура (Санкт-Петербург, 2001); Ultrafine Grained Materials, TMS Annual Meeting (США, 2002, 2008); Высокие давления (Украина, 2002, 2010, 2012); Bulk Nanostructured Materials (Уфа, 2007, 2009, 2011); Актуальные проблемы прочности (Украина 2011); Нано 2011 (Москва, 2011); THERMEC 2011 (Канада, 2011).

Публикации. Основное содержание работы представлено в 41 научной публикации, включая 38 публикаций в журналах из списка ВАК и 3 патента.

Структура и объем работы. Диссертация состоит из введения, шести глав, выводов и списка литературы из 281 наименования, изложена на 315 страницах и содержит 183 рисунка и 34 таблицы.

Основное содержание работы

Во введении обоснована актуальность решаемой научной и технической проблемы, сформулирована цель, научная новизна и практическая ценность диссертационной работы.

В первой главе определены температурно-скоростные условия формирования ультрамелкозернистого и наноструктурного состояния в титане и двухфазных титановых сплавах в ходе большой (интенсивной) пластической деформации. Было использовано известное соотношение, связывающее размер формирующихся в ходе деформации зерен D (или субзерен d) и напряжение течения $s_s \propto D^{-N}$. Величина N обычно находится в интервале $0,5 \div 1$, причем полагают, что при $N \approx 0,5$ упрочнение вызвано преимущественно высокоугловыми границами, а при $N \approx 1$ – субграницами. Напряжение течения материала при заданном способе нагружения контролируется температурой T или скоростью деформации $\dot{\epsilon}$, которые соотносятся между собой через параметр Зинера-Холомона $Z = \dot{\epsilon} \exp\left(\frac{Q}{RT}\right)$, где Q – энергия активации и R – универсальная газовая постоянная. В свою очередь Z связан с s_s , как $Z = c_1 \sinh(c_2 \sigma_s)^n$, где c_1 , c_2 , и n – константы. Варьировать Z и, соответственно, s_s удобно изменением температуры.

Найденная зависимость размера формирующихся в ходе деформации титана зерен (D) и субзерен (d) от напряжения течения, представлена на рисунке 1а. Приведенные кривые были получены в ходе изотермической одноосной осадки цилиндрических образцов на 70% при одинаковой начальной скорости деформации для каждого из материалов ($\sim 10^{-3} \text{с}^{-1}$). Точки, соответствующие температурам ниже 400°C , были получены прокаткой образцов титана на 93% и последующим испытанием их на разрыв при температурах прокатки. Изменение способа деформации было обусловлено малой технологической пластичностью титана при пониженных температурах.

Установлено, что для титана зависимость $\sigma_s(D)$ имеет три участка со значениями экспоненты N , равной 0,83 для области низких σ_s ($T > 0,5T_{\text{пл}}$ - горячая деформация), 0,38 для умеренных σ_s ($T \approx 0,35-0,5T_{\text{пл}}$ - теплая деформация) и 0,93 для высоких σ_s ($T < 0,35T_{\text{пл}}$ - холодная деформация). Подобное изменение N от значений близких к единице до величин меньших 0,5 при переходе от горячей к теплой деформации обычно связывается с изменением механизма динамической рекристаллизации (ДР) с прерывистого на непрерывный. Зависимость σ_s от

размера субзерен (d) описывается соотношением $\sigma_s \propto d^{-N}$ с экспонентой N , равной 0,93 для обоих интервалов, что также согласуется с литературными данными.

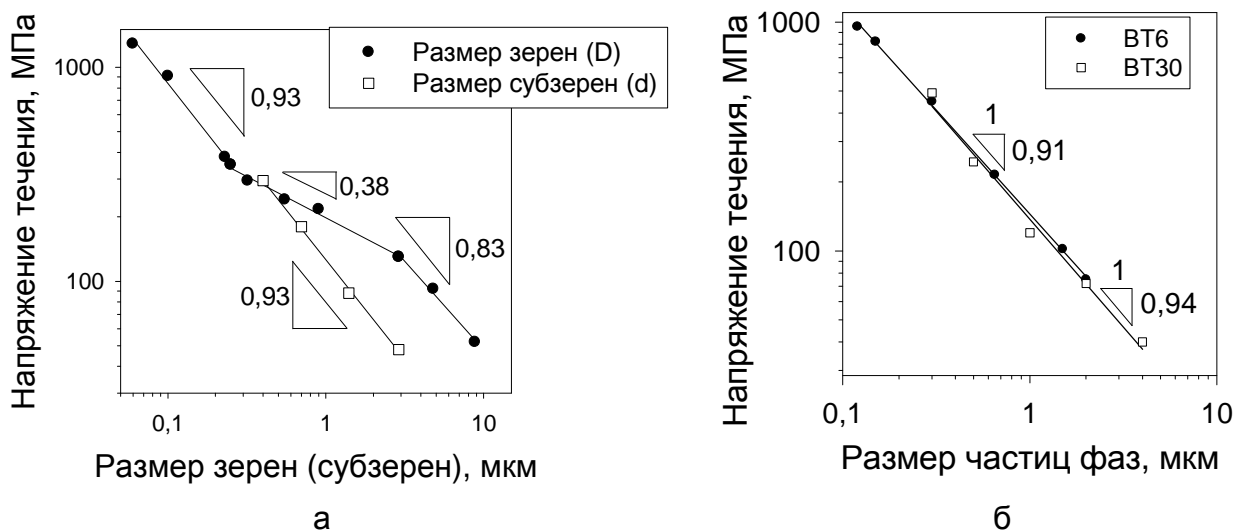


Рисунок 1 - Соотношение между напряжением течения и размером формирующихся зерен (D) и субзерен (d) в титане (а) и глобулярных частиц α - и β -фаз в сплавах ВТ6 и ВТ30 (б).

Третий участок, соответствующий холодной деформации, имеет наклон 0,93, однако, вряд ли можно обсуждать полученную величину в рамках представлений, развитых для ДР. В то же время, изменение величины N при переходе к холодной деформации указывает на изменение основных механизмов формирования структуры.

Соотношения между σ_s на установившейся стадии и размером глобулярных частиц фаз (D) для α/β сплавов ВТ6 и ВТ30 показаны на рисунке 1б. Данные сплавы различаются содержанием β фазы, что позволяет оценить влияние легирования на характер эволюции микроструктуры. Установлено, что зависимости $\sigma_s(D)$ аппроксимируются прямыми с экспонентой $N \approx 0,9$, однако, в отличие от однофазных материалов, трансформация микроструктуры двухфазных сплавов с пластинчатой морфологией фаз в ходе горячей/теплой деформации не может быть описана в терминах только ДР, но является результатом совокупности процессов (которая может включать и ДР), называемой динамической сфероидизацией и приводящей, в конечном итоге, к формированию дуплексной структуры с глобулярной морфологией фаз. Величина N , в данном случае, не имеет того физического смысла, что и для однофазных материалов, однако, из постоянства значения экспоненты N следует, что механизм(ы) трансформации пластинчатой структуры в глобулярную в двухфазных сплавах ВТ6 и ВТ30 не зависит или зависит слабо от σ_s в исследованном интервале температур.

Для практического применения зависимости $D(\sigma_s)$ (рис.1) удобнее перестроить в координатах размер зерен – температура деформации (при $\dot{\epsilon} = 10^{-3} \text{с}^{-1}$).

Обнаружено, что структура с размером зерен менее 1 мкм в титане формируется при температурах деформации ниже $\sim 550^\circ\text{C}$, а в случае ВТ6 и ВТ30 – ниже 650°C .

Таким образом, в технически чистом титане существуют три температурных интервала α -области, деформация в которых контролируется различными механизмами. В двухфазных титановых сплавах механизмы трансформации пластинчатой структуры в глобулярную не зависят или зависят слабо от температуры. Для детального изучения процессов, ответственных за формирование структуры в однофазных и двухфазных материалах при температурах $T \leq 0,55T_{\text{пл}}$, были выполнены исследования механического поведения и эволюции микроструктуры титана и его сплавов в ходе больших пластических деформаций, достигнутых с помощью различных способов обработки металлов давлением.

Во второй главе был выполнен анализ механического поведения и эволюции микроструктуры технически чистого титана в широком интервале температур α -области. В интервале горячей и теплой деформации (низкие и умеренные σ_s , соответственно, рис.1а) исследовали микроструктуру центральной области образцов, осажденных при температурах 750 и 400°C и скорости 10^{-3}c^{-1} на 70% ($\epsilon \approx 1,2$). Микроструктурные исследования были выполнены с применением просвечивающей и сканирующей микроскопии, а также с использованием анализа разориентировок кристаллов по картинам Кикучи-линий от дифракции обратно-рассеянных электронов (EBSD).

Обнаружено, что изменения структуры титана в ходе деформации при 750°C связаны с появлением зубчатости на границах, образованием выступов и языков и последующим формированием новых зерен по исходным границам, что указывает на протекание в титане при горячей деформации прерывистой динамической рекристаллизации, что согласуется с данными литературы.

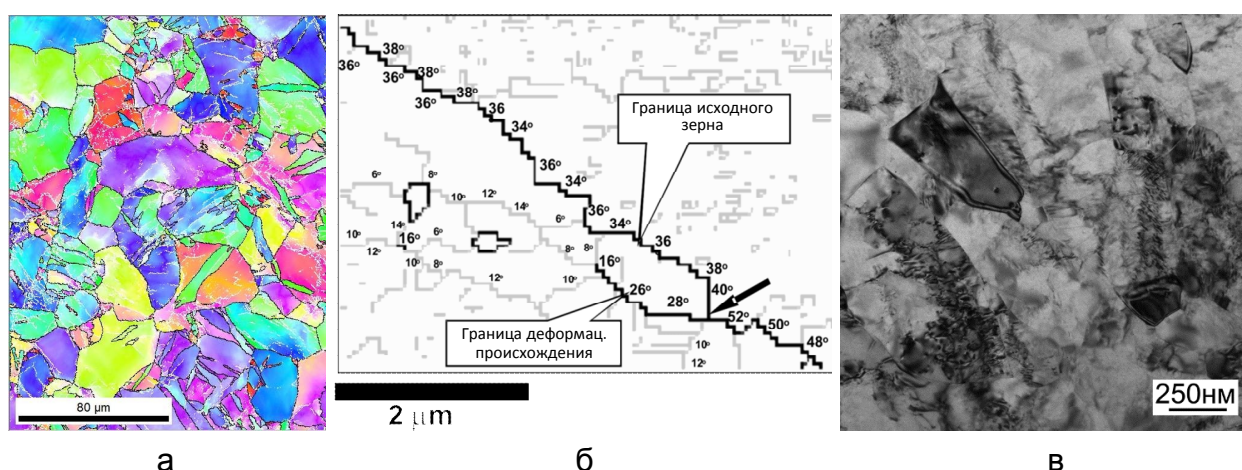


Рисунок 2 - Микроструктура титана, деформированного осадкой при 400°C на 15% (а), 40% (б) и 70% (в); EBSD (а,б), ПЭМ (в).

На основании данных ПЭМ и EBSD анализа установлено, что при уменьшении температуры деформации до 400°C (теплая деформация) структура

эволюционирует путем двойникования (рис. 2а), формирования высокоугловых границ деформационного происхождения (фрагментации) (рис. 2б) и появления новых зерен по механизму непрерывной рекристаллизации, т.е. за счет увеличения разориентировки субграниц при взаимодействии с решеточными дислокациями (рис. 2в).

Детальный анализ эволюции разориентировки границ зерен посредством EBSD в ходе одноосной осадки титана при 400°C показал, что разориентировка всех типов границ (границ исходных зерен, мало- и высокоугловых границ деформационного происхождения, двойниковых границ) изменяется в ходе деформации, причем угол разориентировки отдельных границ, а также различных участков одной и той же границы, может изменяться как в сторону увеличения, так и в сторону уменьшения. Показано, что образование границы деформационного происхождения может приводить к локальному изменению разориентировки существующей границы (как показано стрелкой на рис. 2б) за счет локального увеличения напряжения вблизи тройного стыка, вызывающего эмиссию дислокаций из границы.

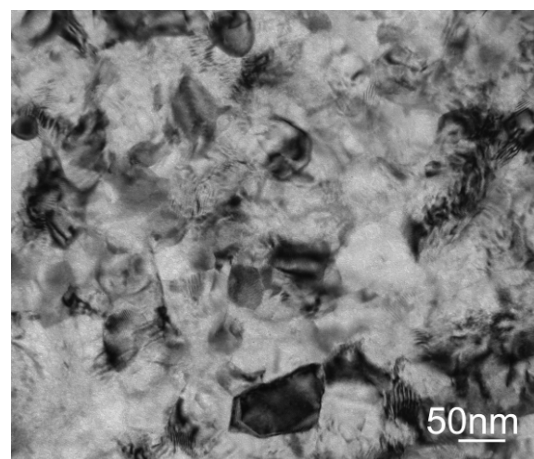
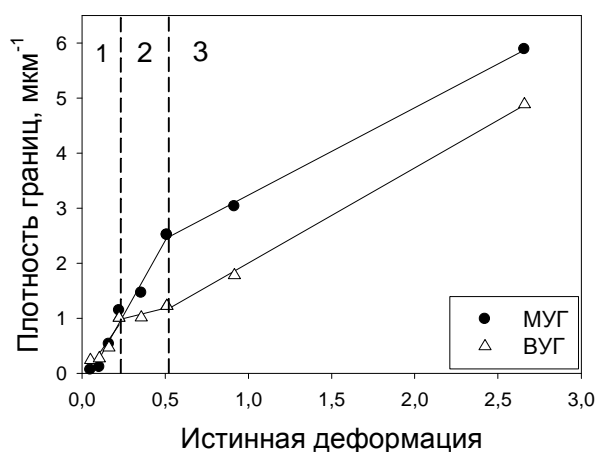


Рисунок 3 - Зависимость плотности высоко- и малоугловых границ (МУГ) от степени деформации (а) и микроструктура технически чистого титана после прокатки на 93% ($\epsilon=2,6$) при комнатной температуре (б).

По результатам EBSD анализа была выявлена стадийность в изменении плотности высокоугловых границ (ВУГ) в титане в ходе прокатки при комнатной температуре в зависимости от степени деформации (рис. 3а). Плотность границ рассчитывалась, как отношение протяженности границ к площади участка при EBSD сканировании. На основании микроструктурных исследований установлено, что этапы эволюции структуры преимущественно связаны с 1) двойникованием, 2) повышением плотности дислокаций и формированием субструктуры, 3) фрагментацией и возникновением на заключительных этапах деформации новых равноосных зерен размером около 200 нм (рис. 3б).

Установлено увеличение вклада двойникования в формирование структуры при снижении температуры деформации. В ходе прокатки при -196°C обнаружено двукратное увеличение протяженности стадии двойникования, большая доля двойниковых разориентировок в общем количестве высокоугловых границ при $\epsilon > 0,15$ (рис. 4а) и достижение 100% двойникованных зерен, чего не отмечается при комнатной температуре. Все это согласуется с известным фактом слабой температурной чувствительности критических напряжений сдвига двойникования, в отличие от скольжения, которое затрудняется с понижением температуры. В итоге, обусловленное двойникованием измельчение микроструктуры протекает более интенсивно при -196°C (рис. 4б), чем при комнатной температуре, ускоряя кинетику формирования УМЗ структуры в целом.

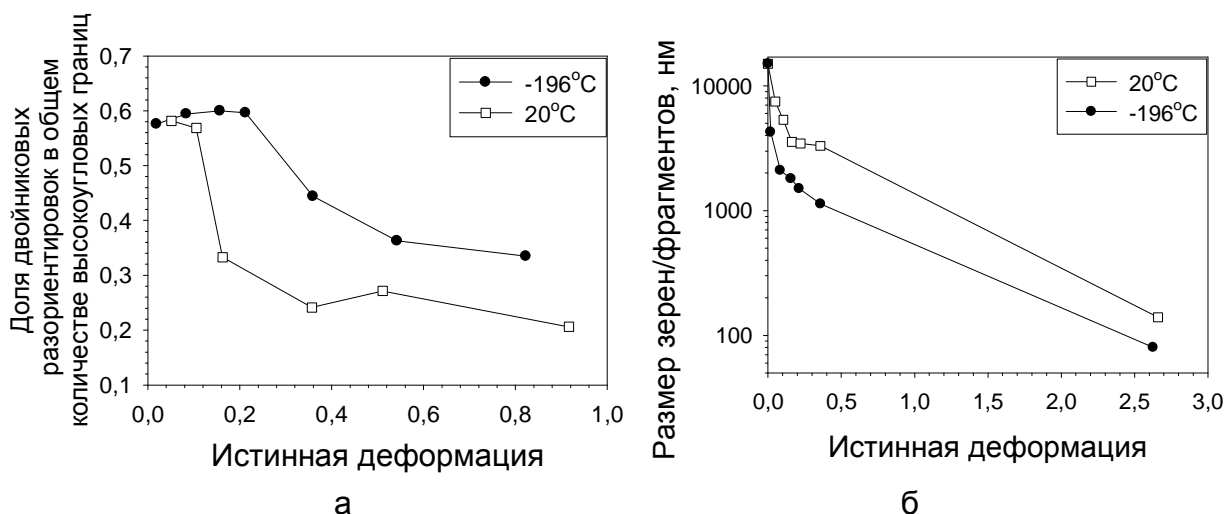


Рисунок 4 - Зависимость (а) доли двойниковых разориентировок в общем количестве высокоугловых границ и (б) размера зерен от степени деформации в ходе прокатки титана при 20 и -196°C .

Учитывая роль, которую играет двойникование в формировании УМЗ структуры, были выявлены иные факторы, помимо температуры, влияющие на интенсивность двойникования. Было обнаружено, что при комнатной температуре двойникование практически не развивается в титане ВТ1-0 с размером зерен 1 мкм. С увеличением размера зерен до 15 мкм доля двойникованных зерен достигает 80%, после чего слабо повышается с укрупнением микроструктуры. Также существенная разница в интенсивности двойникования была выявлена для титана с различной суммарной долей примесных элементов. После прокатки на 20-30% доля двойникованных зерен в титане ВТ1-0 была 90%, что более чем в 2 раза выше, чем в Grade4 (40% двойникованных зерен), содержащем большее количество примесей. Изменение направления деформации при прокатке слабо влияет на долю двойникованных зерен.

Согласно литературным данным и результатам настоящей работы, двойникование способно измельчить микроструктуру титана лишь до некоторого предела, после чего процесс самоподавляется. Критический размер зерен, при

котором двойникование завершается, был определен из зависимости напряжения течения от обратного корня из размера зерен. Известно, что зависимость Холла-Петча для двойникующихся материалов состоит из двух участков с различной величиной K_y . Большие значения K_y соответствуют более крупным зернам, где величина предела текучести контролируется преимущественно двойникованием. Подавление двойникования при уменьшении размера зерен приводит к снижению величины K_y на участке, контролируемом скольжением.

Было установлено, что зависимость Холла-Петча для образцов с различным размером зерен, полученным прокаткой на разную степень при 20 и -196°C (рис. 5а; напряжение течения определялось по испытаниям прокатанных образцов на растяжение при температурах прокатки) также имеет два участка с различным наклоном. Обнаружено, что точка перегиба соответствует 0,9 мкм для комнатной и 0,6 мкм для криогенной температуры. Факт изменения величины K_y при переходе от двойникования к скольжению был нами подтвержден количественной оценкой вкладов различных упрочняющих факторов в общее напряжение течения.

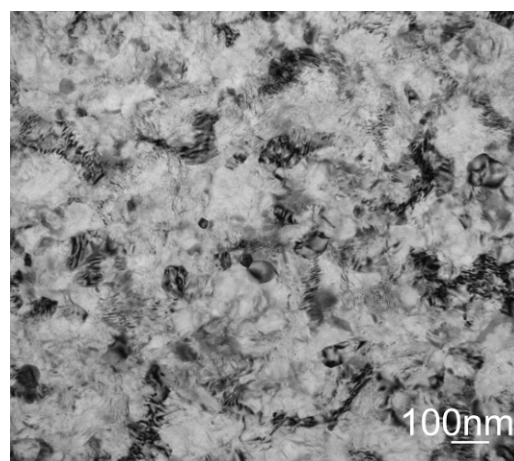
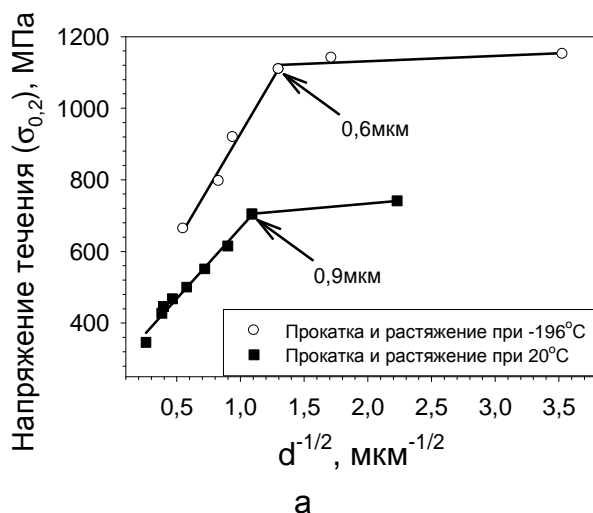


Рисунок 5 - Экспериментальная зависимость напряжения течения титана от обратного корня из размера зерен в ходе прокатки при 20 и -196°C (а) микроструктура технически чистого титана после прокатки на 93% ($\epsilon=2,6$) при -196°C (б).

Полученные результаты позволяют обобщить влияние температуры на механизмы, контролирующие формирование структуры титана в α -области при горячей, теплой и холодной деформации (рис. 6). В области горячей деформации эволюция микроструктуры после достижения критической степени контролируется преимущественно прерывистой динамической рекристаллизацией. Деформация титана в интервале теплой и холодной деформации активизирует двойникование, интенсивность которого возрастает с понижением температуры. Параллельно с двойникованием происходит повышение плотности дислокаций и формирование субструктуры, а дальнейшая (после завершения двойникования) эволюция

структуры в ходе теплой и холодной деформации преимущественно осуществляется за счет развития процессов фрагментации (образования границ деформационного происхождения). В области теплой деформации в структуре довольно быстро начинает, также, развиваться непрерывная динамическая рекристаллизация, и в формировании структуры при больших деформациях учувствуют оба этих процесса (фрагментация и непрерывная динамическая рекристаллизация). При холодной деформации, в условиях недостаточной термической активации, фрагментация является основным механизмом, контролирующим формирование структуры вплоть до больших степеней, когда высокие напряжения и высокая концентрация вакансий позволяют реализоваться непрерывной динамической рекристаллизации.

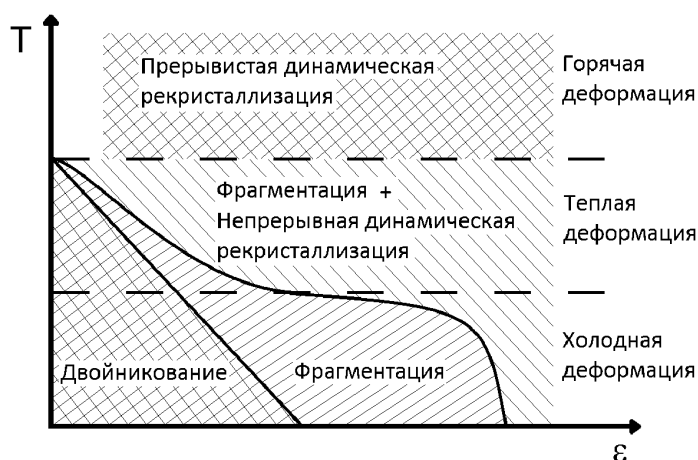
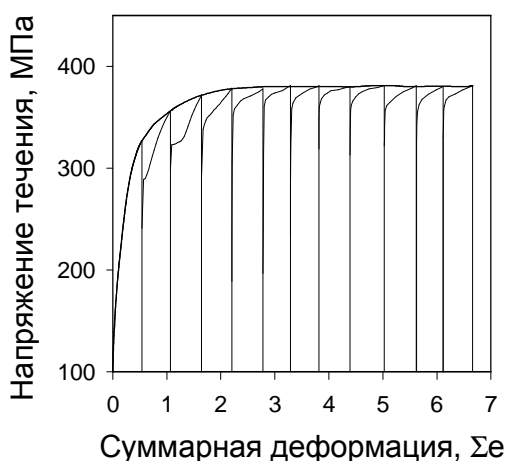


Рисунок 6 - Схематическое распределение основных механизмов эволюции структуры титана в ходе горячей, теплой и холодной деформации в α -области в зависимости от степени деформации.

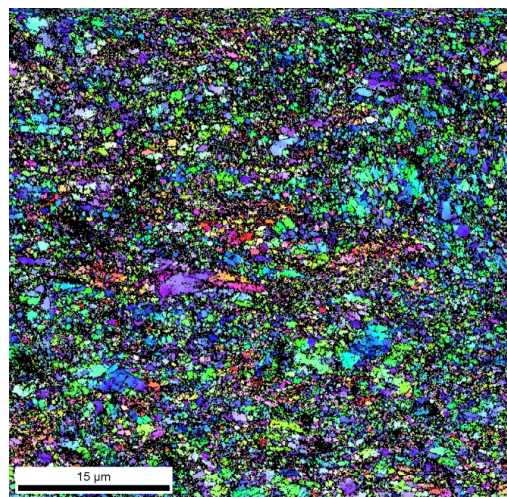
Поскольку границы деформационного происхождения закономерно ориентируются относительно направления течения материала, монотонная большая деформация формирует УМЗ структуру преимущественно ламельного типа (В.В. Рыбин, Н. Хансен с соавторами). В данном исследовании это было показано на примере титана, подвергнутого различным способам деформации (листовой и сортовой прокатке, гидростатической экструзии, винтовой экструзии) в интервале температур 20-450°C и деформаций $\epsilon=1,4-7$. Установлено, что для получения полуфабрикатов с равноосной структурой, обладающей большей изотропией механических свойств, чем ламельная, необходимо либо повысить степень деформации, либо использовать немонотонную деформацию. Последний из подходов был реализован посредством т.н. «abc» деформации, заключающейся в последовательном сжатии призматических образцов по трем ортогональным направлениям.

При таком способе деформации на каждом из этапов формируются локализованные макрополосы сдвига, пересекающиеся в центре образца (т.н. ковошный крест). Показано, что характер эволюции структуры образца обусловлен

пересечением макрополос, образовавшихся на разных этапах. Как видно из кривой, описывающей деформационное поведение титана в ходе «abc» деформации при 400°C (рис. 7а), уже после деформации $\epsilon \approx 2$ (4 осадки) максимальное σ_s на каждом из этапов остается примерно постоянным, что позволяет говорить о появлении установившейся стадии течения и стабилизации процессов, определяющих формирование микроструктуры.



а



б

Рисунок 7 - Кривые σ - $\Sigma\epsilon$ для «abc» деформации титана при 400°C (а) и EBSD карта разориентировок после 4-х осадков (б). На EBSD карте показаны только «достоверные» точки (с $CI > 0,1$).

Действительно, ПЭМ и EBSD анализ образца подвергнутого 4-м осадкам, свидетельствует об образовании в центральной области довольно однородной структуры с равноосными зернами/субзернами размером около 0,4 мкм (рис. 7б). С увеличением степени деформации вид структуры почти не изменяется, но при этом возрастает доля высокоугловых границ. Следовательно, изменение направления деформации дает в целом более быструю кинетику формирования однородной глобулярной УМЗ структуры в титане, хотя, согласно литературным данным, на начальных этапах деформации эволюция структуры происходит быстрее при монотонном нагружении. Более подробно кинетика эволюции структуры при разных видах нагружения обсуждается в главе 5.

Таким образом, эволюция микроструктуры α -титана в ходе деформации контролируется прерывистой динамической рекристаллизацией в области горячей деформации ($T > 0,5T_{пл.}$); двойникованием, фрагментацией и непрерывной динамической рекристаллизацией в области теплой деформации ($T \approx 0,35-0,5T_{пл.}$); двойникованием и фрагментацией в области холодной деформации ($T < 0,35T_{пл.}$). Существует минимальный размер зерен, до которого микроструктура измельчается посредством деформационного двойникования; дальнейшее уменьшение размера зерен происходит за счет фрагментации. Деформационное двойникование интенсифицируется при снижении температуры, увеличении

размера зерен и повышении чистоты титана, тем самым ускоряя кинетику формирования УМЗ структуры в ходе большой деформации. Изменение направления нагружения также интенсифицирует формирование однородной глобулярной УМЗ структуры в титане в ходе большой деформации.

В третьей главе на примере типичного представителя двухфазных титановых сплавов ВТ6 было впервые выполнено систематическое исследование по определению кинетики и механизма сфероидизации пластинчатой структуры в ходе деформационно-термической обработки при температурах $T \approx (0,45-0,55)T_{пл.}$, соответствующих области формирования УМЗ ($d \approx 0,3-0,4$ мкм при $T=600^\circ\text{C}$) и мелкозернистой (МЗ, $d \approx 3$ мкм при $T=800^\circ\text{C}$) структуры. Температура полиморфного $\alpha+\beta \rightarrow \beta$ превращения сплава составляла 995°C . В исходном состоянии микроструктура сплава состояла из колоний α -пластин в исходных β зернах. Размер α -колоний составлял ~ 150 мкм, размер β -зерен - ~ 400 мкм, толщина α -пластин была ~ 2 мкм (рис. 8б).

Показано, что деление пластин при 800°C осуществляется по механизму образования и роста канавок на межфазной границе, подобно наблюдаемому в ходе деформации в верхней части двухфазной области при $T > 0,55T_{пл.}$. После деформации $\epsilon = 1,2$ формируется смешанная структура, состоящая из остатков пластин, ориентированных вдоль направления течения металла и глобулярных α -частиц, размер которых составляет $\sim 1,5$ мкм (рис. 8в).

Установлено, что при снижении температуры деформации до 600°C увеличивается вклад сдвиговой деформации в деление пластинчатой структуры. Тонкие β -прослойки разрываются в полосах интенсивного сдвига и соседние α -пластины через эти разрывы объединяются между собой, формируя матричную α -фазу с включениями β -частиц (рис. 8г). Деление и сфероидизация α -фазы в ходе деформации при 600°C происходит существенно медленнее чем при 800°C . Обнаружено, что после деформации $\epsilon = 1,2$ в результате развития динамических процессов возврата/рекристаллизации в большинстве α -пластин формируется зеренно-субзеренная структура с высокой плотностью дислокаций. Размер (суб)зерен в α -фазе и размер β -частиц по результатам ПЭМ исследования составляет ~ 300 нм.

Кривые в координатах «истинное напряжение - истинная деформация» сплава при обеих температурах демонстрируют упрочнение, сменяющееся пиком σ и, затем, разупрочнением (рис. 8а). На основании количественной оценки микроструктурных изменений установлено, что α -пластины разворачиваются в направлении течения металла наиболее быстро в начале деформации ($\epsilon < 0,69$, рис. 9а), т.е. одновременно с интенсивным разупрочнением сплава (рис. 8а). В то же время оценка разориентировки границ в α -фазе в ходе деформации при 800°C показывает наличие только малоугловых границ на начальных этапах

деформации и появление границ с высокоугловой разориентировкой в интервале деформации $\epsilon=0,29\div0,69$. Таким образом, разупрочнение двухфазных сплавов с пластинчатой микроструктурой на ранних стадиях деформации вызвано как разворотом пластин по направлению к более «мягкой» ориентировке с низким фактором Тейлора, так и процессами, связанными с эволюцией дислокационной субструктуры в фазах (динамическим возвратом/рекристаллизацией).

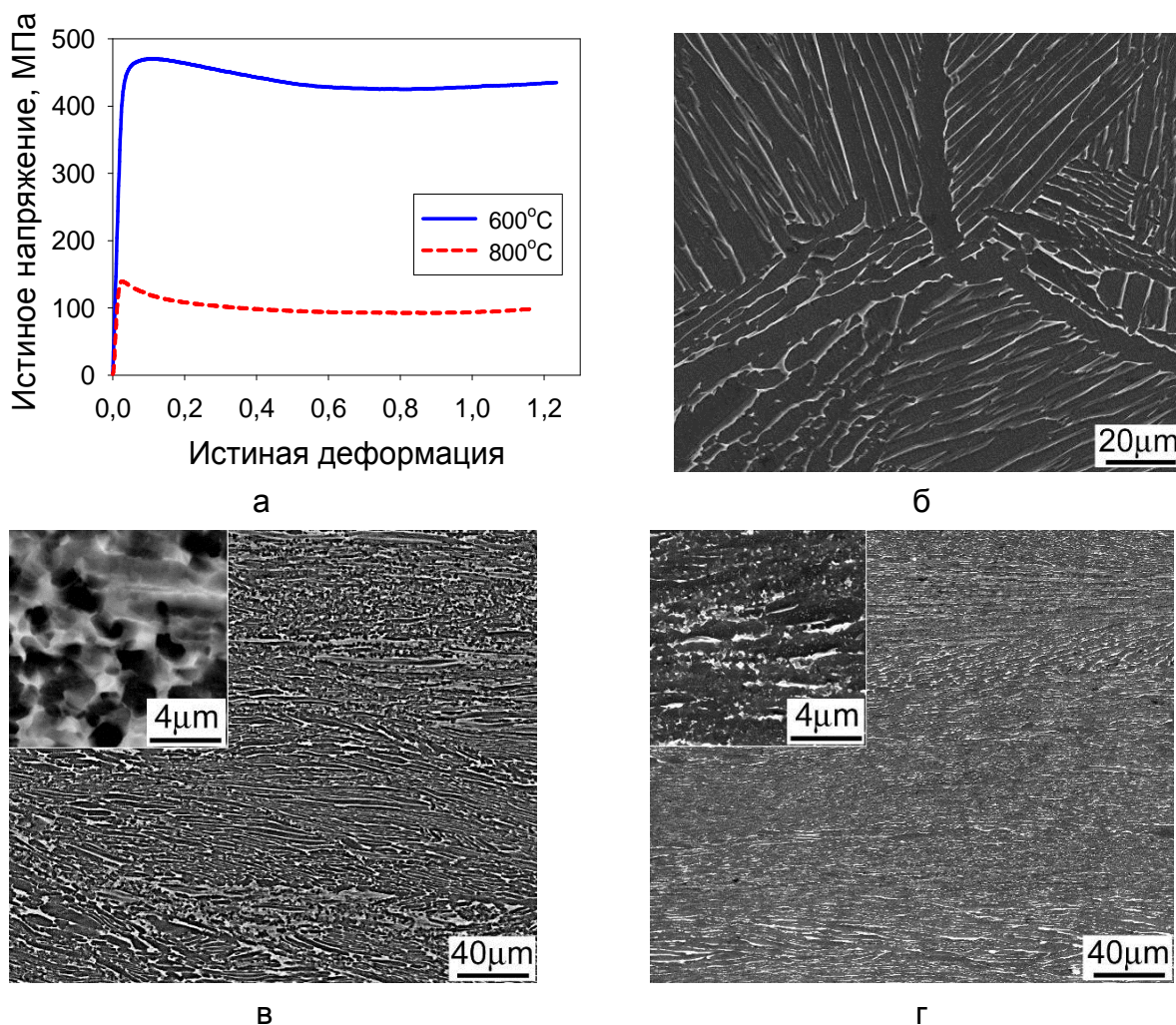


Рисунок 8 - Кривые деформации, полученные при осадке сплава ВТ6 при 800 и 600°C и начальной скорости 10^{-3} с^{-1} (а); РЭМ изображения сплава ВТ6 в исходном состоянии (б) и после деформации сжатием при 800°C (в) и 600°C (г) до истинной деформации $\epsilon \approx 1,2$.

Известный для высокотемпературной деформации механизм деления пластин путем образования и роста канавок основан на формировании неравновесных тройных стыков в точке пересечения внутрифазных α/α или β/β границ с межфазной α/β границей. Проникновение одной фазы вдоль внутрифазной границы другой фазы обеспечивается конкурирующими процессами уравнивания тройного стыка с образованием канавки и спрямлением поверхностей по раствору-осадительному механизму. Было установлено, что если при высокотемпературной деформации ($T > 0,55T_{\text{пл}}$) внутрифазные границы

образуются главным образом за счет процессов возврата и рекристаллизации в фазах, то при снижении температуры возрастает роль сдвиговой деформации в формировании внутрифазных границ.

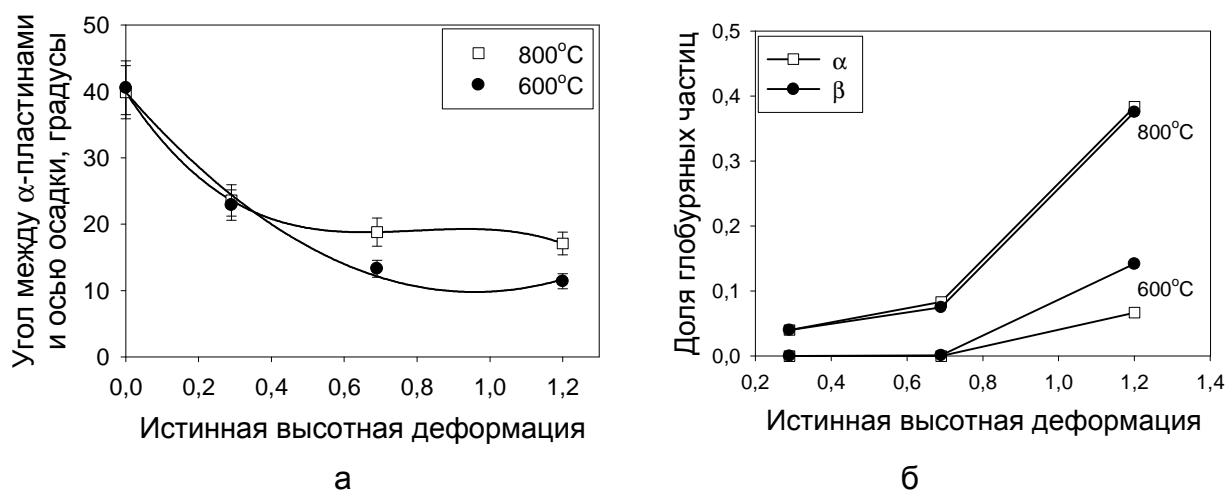


Рисунок 9 - Наклон α -пластин в направлении течения металла (а) и доля глобулярных частиц (б) в зависимости от степени деформации сплава ВТ6 при 800 и 600°C.

Кинетика деления пластин α -фазы по механизму образования и роста канавок описывается известным уравнением Муллинса: $t_p = 0.2(d_a)^3 / Ag_{ab}(m_g)^3$, где t_p - время завершения процесса (соответствующее встрече канавок, растущих с противоположных сторон пластины), d_a - толщина α -пластины, m_g определяется углом δ при вершине канавки ($m_g = \tan(\delta)$), g_{ab} - энергия межфазной границы. Коэффициент A для заданного сплава есть произведение параметров, определяемых температурой (равновесная концентрация наиболее медленной примеси в β -фазе, молярный объем пластинчатой α -фазы, коэффициент диффузии самого медленного элемента через β -матрицу).

Согласно уравнению Муллинса основным фактором, влияющим на кинетику сфероидизации при данной температуре, являются толщина α -пластин. Экспериментально было обнаружено существенное снижение доли глобулярных частиц α -фазы в сплаве с различной толщиной α -пластин, полученной закалкой в воду (мартенситная α' микроструктура), охлаждением на воздухе (тонкопластинчатая $\alpha+\beta$ структура) и контролируемым охлаждением в печи из β -области (грубопластинчатая $\alpha+\beta$ структура). После деформации на 70% ($e=1,2$) при 550-600°C в сплаве с исходной мартенситной микроструктурой формируется однородная глобулярная УМЗ структура с размером зерен около 0,3 мкм. В образцах с тонкопластинчатой структурой в результате деформации также формируются УМЗ зерна размером около 0,3 мкм, однако микроструктура неоднородная, сохраняется до 30% пластинчатой составляющей. В грубопластинчатой структуре доля глобулярных зерен после деформации не

превышает 40%. Эти результаты показывают, что для формирования однородной УМЗ структуры следует использовать наиболее дисперсное исходное состояние без существенной неоднородности по сечению, что может быть достигнуто ускоренным охлаждением заготовки из β -области.

Была установлена зависимость кинетики деления пластин (углубления канавок) от энергии внутрифазных $\gamma_{\alpha\alpha}$ и межфазных $\gamma_{\alpha\beta}$ границ. В исходном состоянии взаимная ориентировка кристаллических решеток α - и β - фаз удовлетворяют ориентационному соотношению (ОС) Бюргерса, согласно которому $\{0001\}_{\alpha} // \{110\}_{\beta}$ и $\langle 11\bar{2}0 \rangle_{\alpha} // \langle 111 \rangle_{\beta}$. Это является предпосылкой для формирования низкоэнергетичных (полу)когерентных межфазных границ. Рассчитанная нами с использованием модели ван-дер-Мерве энергия межфазной границы, образованной плоскостями $(\bar{1}100)_{\alpha} // (\bar{1}12)_{\beta}$, составила $\gamma_{исх} = 0,053 \text{ Дж/м}^2$.

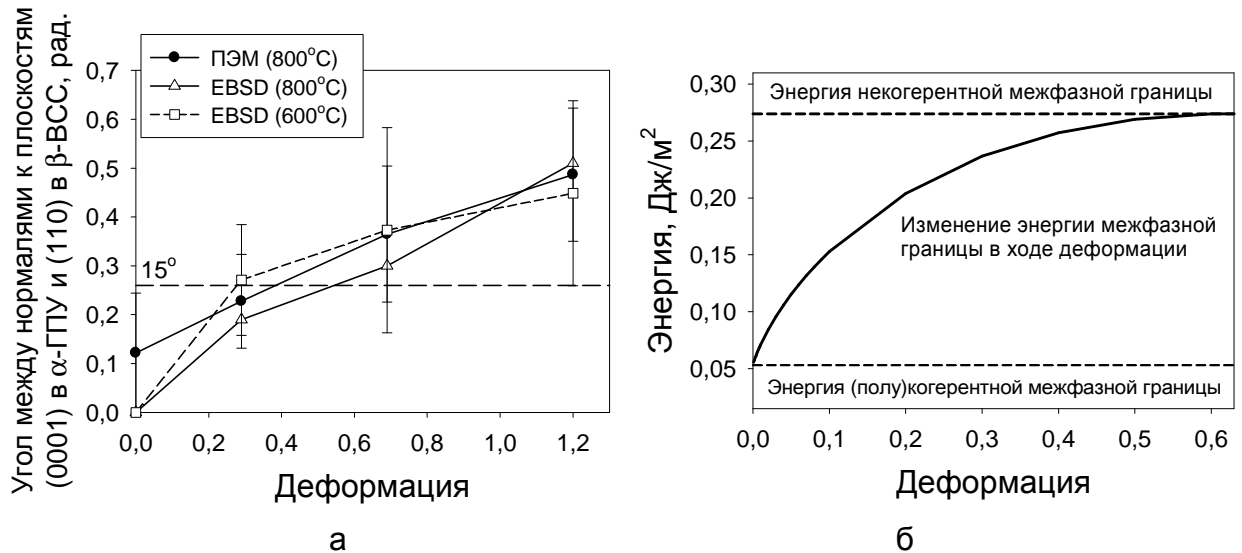


Рисунок 10 - Угол между нормальными к плоскости (0001) в ГПУ решетке α -фазы и плоскости (110) в ОЦК решетке β -фазы (а) и энергия границы, образованной плоскостями $(-1100)_{\alpha} // (-112)_{\beta}$ (б) в зависимости от степени деформации для сплава ВТ6 с ламельной микроструктурой.

Считая, что отклонение от исходного ОС аналогично выстраиванию стенки дислокаций вдоль межфазной границы, увеличение энергии границы при небольших величинах деформации определяли с использованием формулы Риды - Шокли, описывающей энергию малоугловых границ в однофазных материалах:

$$g_{ab}^e = g_{исх} + \frac{mbq}{4p(1-n)} \left(\ln \frac{c}{2pq} + 1 \right), \text{ где } m - \text{модуль сдвига, } \nu - \text{коэффициент Пуассона } b$$

– вектор Бюргерса, q - разориентировка дислокационной границы, χ - параметр ядра дислокации. Разориентировка дислокационной границы есть функция деформации, и может быть представлена как $q = Ke$, где K обозначает константу, количественно равную скорости отклонения от ОС в ходе деформации.

Результаты измерений, выполненных с помощью методик ПЭМ и EBSD анализа (рис. 10а), дали значение $K \approx 0,38$.

Рассчитанное нами изменение энергии межфазной границы в ходе деформации сплава при 800°C показано на рисунке 10б. Обнаружено, что энергия межфазной границы быстро увеличивается на начальных стадиях деформации, достигая максимального значения $\sim 0,27$ Дж/м² при $\epsilon = 0,5 \div 0,6$. Отклонение от ОС Бюргера достигает 15° (по аналогии с межзеренными мало- и высокоугловыми границами эта величина может рассматриваться переходной между (полу)когерентностью и некогерентностью) также при $\epsilon \approx 0,5$ (рис. 10а). По результатам сравнения этих данных с кинетикой сфероидизации (рис. 9б), установлено, что сфероидизация интенсифицируется при $\epsilon \geq 0,6$, когда межфазные границы становятся некогерентными, а внутрифазные достигают высокоугловой разориентировки.

Таким образом, исходно «прозрачные» для движения дислокаций (полу)когерентные межфазные границы (данные литературы) замедляют на начальных этапах деформации формирование и увеличение разориентировки внутрифазных границ. В ходе деформации когерентность межфазных границ снижается вследствие взаимодействия с дислокациями и, одновременно, увеличивается энергия границы на величину энергии вошедших в границу дислокаций. В результате α/β граница становится барьером для движения дислокаций, что способствует более интенсивному увеличению разориентировки внутрифазных границ и трансформации исходной пластинчатой структуры в глобулярную. Следовательно, потеря когерентности между фазами и увеличение разориентировки внутрифазных границ могут рассматриваться как факторы, интенсифицирующие сфероидизацию.

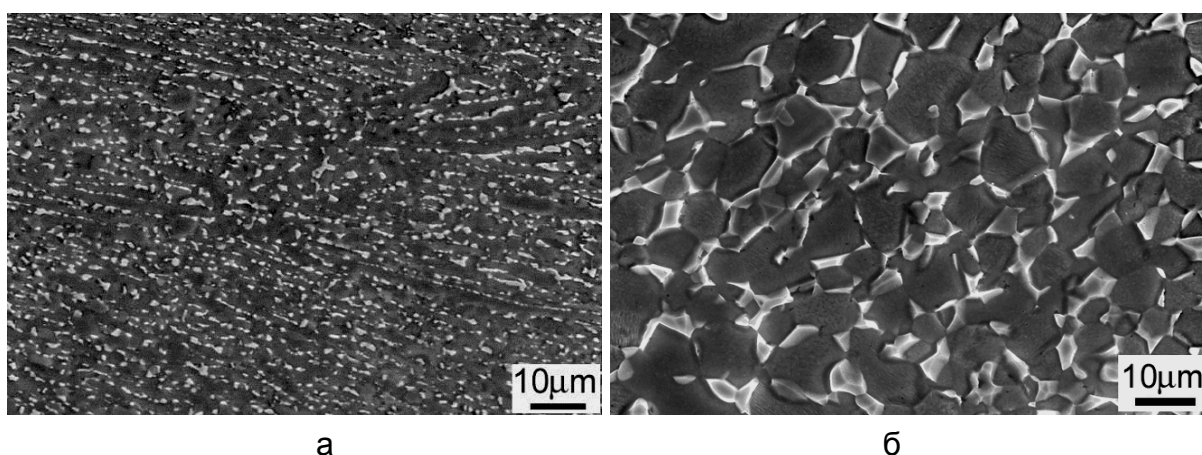


Рисунок 11 - РЭМ изображения сплава ВТ6 подвергнутого осадке до $\epsilon = 0,69$ и последующему отжигу: (а) – отжиг при 600°C в течение 625 часов, (б) при 800°C в течение 50 часов.

В литературе низкие значения межфазной энергии в двухфазных титановых сплавах также называются в качестве основной причины очень медленной сфероидизации пластинчатой структуры при отжиге. Повышение энергии межфазных границ в ходе деформации (рис. 10б), дает возможность сформировать глобулярную структуру в сплаве посредством отжига деформированных образцов.

Показано, что отжиг при 600°C в течение 625 часов образцов, деформированных до $\epsilon=0,69$ при 600°C, привел почти к полной сфероидизации β -фазы, которая в форме отдельных мелких частиц (~1 мкм) располагается вдоль остатков α -пластин (рис. 11а). В α -фазе наблюдаются (суб)зерна размером ~0,3 мкм. Пятидесятичасовой отжиг при 800°C образцов, деформированных до $\epsilon=0,69$ при 800°C, ведет к существенной сфероидизации α -фазы (рис. 11б). При этом β -фаза располагается в промежутках между глобулярными α -частицами. Уменьшение степени предварительной деформации и снижение времени отжига ведет к значительно меньшей сфероидизации структуры. Полученные экспериментальные результаты удовлетворительно согласуются с выполненной оценкой кинетики сфероидизации структуры по формуле Муллинса: расчетная величина t_p при 800°C составила ~20 часов и при 600°C $t_p = \sim 1000$ часов.

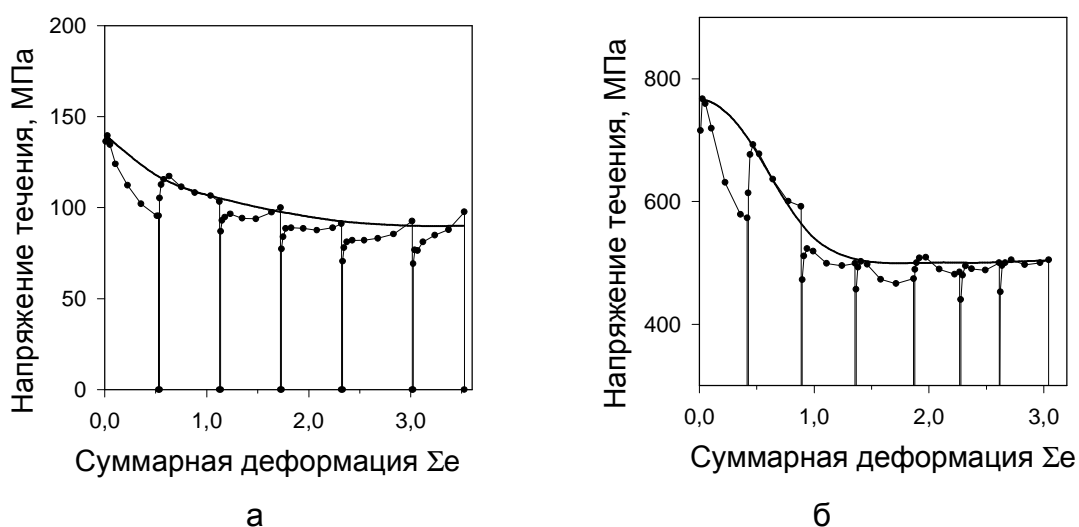


Рисунок 12 - Кривые σ - $\Sigma\epsilon$ для «abc» деформации сплава ВТ6 при 800 (а) и 550°C (б).

Анализ кинетики эволюции структуры в двухфазном сплаве показал более быстрое формирования УМЗ структуры по сравнению с однофазным титаном, что видно из деформационного поведения материалов при «abc» деформации. Как следует из результатов, показанных на рис. 12, «abc» деформация сплава ВТ6 с исходной мартенситной структурой при 800 и 550°C сопровождается уменьшением напряжения течения и наступлением установившейся стадии уже после второй осадки ($\epsilon \approx 1$). Установлено, что разупрочнение на начальных стадиях связано с переориентацией пластин в направлении течения металла,

процессами возврата и рекристаллизации в фазах, а также развитием сфероидизации. Установившаяся стадия обусловлена активизацией зернограницного проскальзывания (ЗГП) при увеличении количества высокоугловых межзеренных и некогерентных межфазных границ. На развитие ЗГП указывают значение кажущейся энергии активации деформации, равное 186 кДж/моль, и изменение величины коэффициента скоростной чувствительности с 0,17 при $e=0.4$ до 0,35 при $e=0.9$. На стадии установившегося течения (т.е. при $e \geq 1$) в образце формируется глобулярная структура с размером зерен 0,3 мкм.

На примере различных способов деформации (одноосная осадка, «abc» деформация, гидростатическая экструзия, ротационная ковка) было установлено, что изменение направления нагружения в ходе большой деформации ускоряет сфероидизацию и формирование УМЗ структуры по сравнению с монотонной деформацией. Отличия в кинетике сфероидизации сплава ВТ6 при монотонной и немонотонной деформации более подробно обсуждаются в главе 5.

Полученные результаты показывают, что трансформация пластинчатой структуры в глобулярную в двухфазных титановых сплавах в ходе деформации и отжига при пониженных температурах $\alpha+\beta$ области $T \approx (0,45-0,55)T_{пл.}$ происходит, так же, как и при более высоких температурах, путем деления пластин по механизму образования и роста канавок на межфазной поверхности и сфероидизации частей пластин по растворо-осадительному механизму. Кинетика деления пластин/прослоек фаз в двухфазных титановых сплавах зависит от энергии и когерентности межфазных границ и развития динамической рекристаллизации в фазах; фрагментация интенсифицируется после потери когерентности межфазными границами и увеличения разориентировки внутрифазных границ до высокоугловой.

В четвертой главе было выявлено влияние количественного соотношения α и β фаз и фазового $\beta \rightarrow \alpha$ превращения на эволюцию структуры на примере двухфазных α/β титановых сплавов переходного класса ВТ22 и ВТ30. Вследствие большего количества бета стабилизаторов эти сплавы имеют более устойчивую по сравнению с ВТ6 β -фазу, поэтому ее доля при комнатной температуре может быть близка к 50%. Другой стороной повышенной устойчивости β -фазы является медленная кинетика фазового $\beta \rightarrow \alpha$ превращения, особенно при пониженных температурах, и возможность выделения частиц α -фазы в ходе деформации.

Эволюция микроструктуры сплава ВТ22 с исходной пластинчатой структурой (температура полиморфного превращения сплава - 860°C) была исследована в ходе одноосной осадки при 800 и 600°C. Установлено, что в отличие от сплава ВТ6, преобразование структуры в ВТ22 при обеих температурах связано прежде всего с процессами, происходящими в более пластичной β -матрице. При 800°C в ОЦК фазе интенсивно проходит возврат и формируется устойчивая субзеренная

структура (рис. 13а). В местах стесненной деформации (вблизи пластин α -фазы или границ исходных зерен) интенсивность набора разориентировок субграницами несколько выше, однако вследствие низкой объемной доли ($\sim 16\%$ при 800°C) α -фаза не оказывает существенного влияния на эволюцию структуры β -фазы в целом. Пластины α -фазы в ходе деформации сфероидизируются путем образования и роста канавок, но из-за большей прочности α -пластин по отношению к β -матрице, процесс этот протекает довольно медленно.

Показано, что снижение температуры деформации до 600°C замедляет процессы возврата в β -фазе, приводя к более интенсивному измельчению матрицы. Большое количество α -фазы также способствует образованию новых высокоугловых границ, хотя вследствие неравномерности распределения пластин первичной α -фазы в β -матрице измельчение структуры происходит неоднородно.

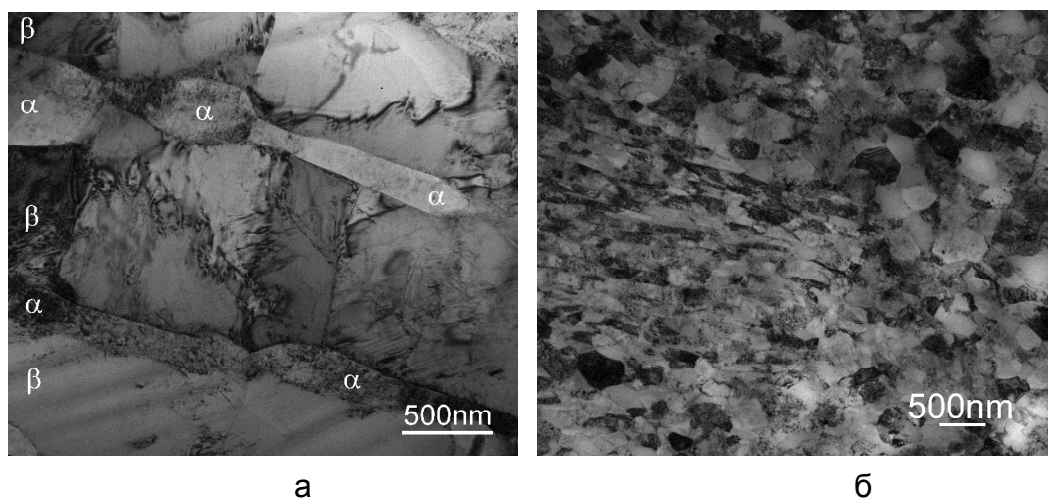


Рисунок 13 - ПЭМ изображения микроструктуры сплава VT22 после деформации при 800°C на 70% (а) и после всесторонней изотермической деформации в интервале температур $700\text{--}550^\circ\text{C}$ (б).

Обнаружено, что распад метастабильной β -фазы в ходе деформации с образованием очень дисперсных α -частиц размером менее 500 нм (рис 13б) способствует формированию УМЗ структуры в сплаве. Распад преимущественно происходит в протяженных областях β -фазы, свободных от первичных α -пластин. Изменение направления нагружения в ходе деформации и ступенчатое снижение температуры деформации интенсифицируют распад β -фазы, охватывая все новые и новые участки матрицы и измельчая структуру. В свою очередь общее повышение σ из-за измельчения микроструктуры приводит к вовлечению в деформацию пластин первичной α -фазы, их делению и сфероидизации.

Исследование деформации титанового сплава VT30 с исходной метастабильной β -фазой при температуре 550°C ($\sim 0,4T_{\text{пл}}$) и скорости $5,5 \times 10^{-4} \text{ c}^{-1}$ показало, что в отличие от однопиковой кривой для сплава VT6 на деформационной кривой сплава VT30 отмечается значительное повторное

упрочнение при $\varepsilon > 40\%$. Как следует из микроструктурных исследований, это связано с торможением процессов возврата в β -матрице выделяющимися в ходе полиморфного $\beta \rightarrow \alpha$ превращения частицами α -фазы. После всесторонней деформации при 550°C в закаленном сплаве ВТ30 формируется УМЗ структура со средним размером зерен $0,3\text{ мкм}$. Однако вследствие неоднородного распределения пластин α -фазы в β -зернах, которое не устраняется при деформации, в структуре сплава ВТ30, наблюдаются участки β -фазы с субзеренной структурой, не содержащие частиц α -фазы.

Таким образом, увеличение количества более пластичной β -фазы в сплавах переходного класса ВТ22 и ВТ30 с замедляет деление и сфероидизацию α -пластин по сравнению со сплавами мартенситного класса. В то же время распад метастабильной β -фазы с образованием дисперсных α -частиц в ходе деформации способствует формированию УМЗ структуры.

В пятой главе разрабатываются и обосновываются режимы получения полуфабрикатов с УМЗ структурой из титана и титанового сплава ВТ6 с использованием традиционных методов обработки металлов давлением. Одним из основных вопросов, касающихся получения УМЗ структуры деформационными методами, является определение кинетики измельчения, позволяющее установить «достаточную» степень деформации в зависимости от условий обработки. В настоящее время в лабораторных условиях заготовки деформируются «с запасом», чтобы гарантировать формирование требуемой макро- и микроструктуры. Очевидно, что для промышленного производства такой подход неприемлем, поэтому необходимо выработать относительно простой способ, позволяющий определять «достаточную» деформацию по результатам предварительных экспериментов.

Для количественной оценки доли ультрамелкозернистой структуры X в зависимости от степени деформации ε нами предложено использовать модифицированную формулу Джонсона - Мела - Аврами - Колмогорова, применяемую для определения доли рекристаллизованного объема в ходе деформации. В модифицированном виде, после введения коэффициентов M' и χ для учета изменения направления нагружения в ходе деформации, формула приобрела вид: $X = 1 - \exp[-kM'((\varepsilon - \varepsilon_c)C)^n]$. Здесь ε_c - критическая степень деформации, соответствующая появлению новых зерен, которую условно можно определять по точке перегиба на деформационной кривой, построенной в координатах σ - ε ; k и n - константы. Показатель степени n определяется типом структуры, а коэффициент k и величина критической деформации зависят от температуры, скорости и способа деформации. Значение k находится из наклона кривых ε_c - Z , где Z - параметр Зинера-Холломоны.

Влияние текстуры на кинетику эволюции структуры при изменении направлении деформации оценивается через изменение коэффициента Тейлора в ходе деформации $M' = M_i / M_{i+1}$, где M_i и M_{i+1} коэффициент Тейлора на i -том и $i+1$ -ом этапе, соответственно. В случае монотонной деформации $M'=1$. Еще одним результатом изменения направления деформации является образование большого количества свободных дислокаций, что приводит к падению напряжения течения материала по сравнению с концом предыдущего этапа (эффект Баушингера). Очевидно, что при смене направления нагружения некоторая часть деформации расходуется только на перераспределение дислокаций применительно к новым условиям не приводя к заметному повышению плотности дислокаций и возникновению новых (суб)гранц. Средняя доля «эффективной» деформации на каждом этапе обозначена как χ .

Установлено, что предложенное выражение удовлетворительно описывает известные данные по кинетике измельчения микроструктуры и позволяет определить степень деформации, требуемую для формирования заданной структуры при различных условиях деформации, включая деформацию с изменением направления нагружения. Обнаружено, что на начальных этапах «abc» деформации титана увеличение коэффициента Тейлора и эффект Баушингера замедляют формирование УМЗ структуры по сравнению с монотонной деформацией (рис. 14а), что подтверждает известные экспериментальные результаты. Однако за счет пересечения границ деформационного происхождения на каждом из этапов немонотонной деформации, формирование УМЗ зерен постепенно ускоряется, достигая 90% УМЗ структуры при $\epsilon \approx 3,5$, тогда как в случае монотонной деформации подобный результат можно ожидать при $\epsilon \approx 5$.

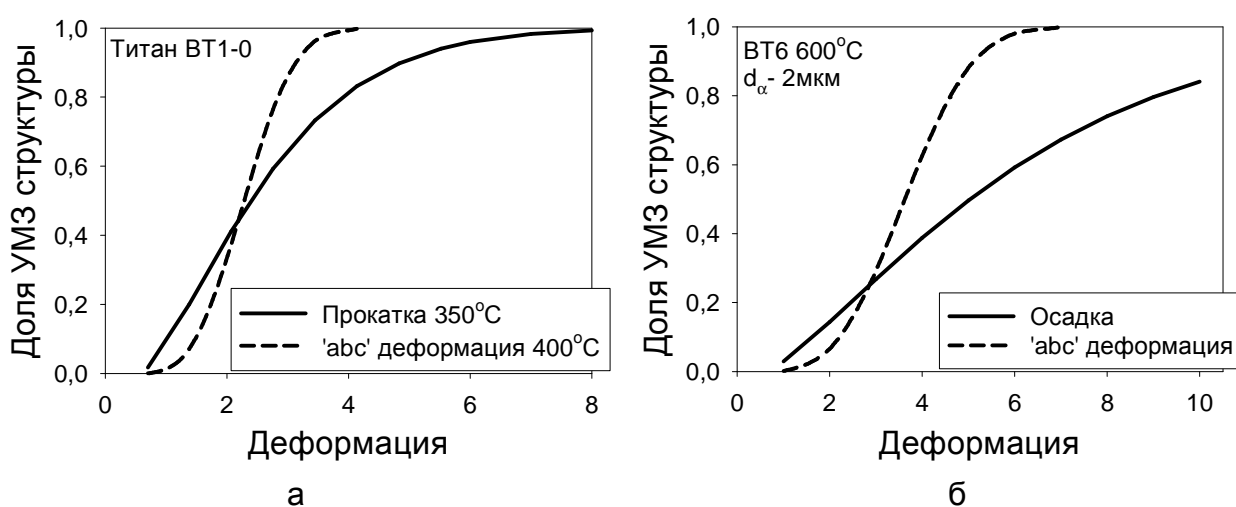


Рисунок 14 - Рассчитанное изменение доли УМЗ структуры в титане (а) и сплаве BT6 с исходной толщиной α -пластин 1,5 мкм (б) в ходе монотонной (прокатка, осадка) и немонотонной («abc») деформации.

Установлено, что в сплаве ВТ6 с тонкими пластинами фаз (исходное мартенситное состояние) однородная УМЗ структура при 550°С формируется за примерно одинаковую степень деформации $\epsilon=2,5$ при монотонной и немонотонной («abc») деформации, при этом показывая более быструю кинетику по сравнению с титаном с матричной структурой. В то же время в грубопластинчатом состоянии сплава (толщина α -пластин 2мкм) изменение направления нагружения оказывает заметное влияние на кинетику сфероидизации, приводя к формированию однородной УМЗ структуры за существенно меньшую степень деформации (рис. 14б) (но за большую, чем в случае мартенситной исходной структуры).

Как было показано выше, в технически чистом титане кинетика измельчения зависит от интенсивности двойникования. С учетом факторов, влияющих на двойникование и принимая во внимание, что наилучший баланс между получаемым размером зерен и технологичностью процесса обеспечивается деформацией при комнатной температуре, нами был предложен следующий режим получения УМЗ листов титана ВТ1-0. На первом этапе проводится прокатка заготовки при комнатной температуре в несколько проходов по ~5% со сменой направления на $\pm 90^\circ$ на каждом из проходов до суммарной степени 30% и затем прокатку при комнатной температуре в одном направлении до суммарной степени деформации 93% ($\epsilon=2,6$). Для снятия внутренних напряжений лист отжигался при $T=300^\circ\text{C}$ в течение часа. Таким образом, был получен лист титана ВТ1-0 размерами 250×500×0,3мм с размером зерен/субзерен около 200 нм (рис. 15). Величина предела прочности материала листа в направлениях вдоль и поперек прокатки составила 950 МПа, а относительное удлинение 5,6 и 3,6%, соответственно, что указывает на высокую однородность структуры и свойств.



Рисунок 15 - Внешний вид листовой заготовки титана ВТ1-0 с УМЗ структурой размером 250×500×0,3 мм и микроструктура в плоскости прокатки.

Для удовлетворения более высоких требований к параметрам структуры и свойств УМЗ листов был использован двухэтапный процесс, включающий на первом этапе измельчение структуры в массивных заготовках и на втором этапе прокатку. Высокая однородность структуры в массивных полуфабрикатах, обеспечивается

использованием метода всесторонней изотермической деформации (ВИД), представляющего собой модифицированный вариант «abc» деформации и включающего операции осадки и протяжки с изменением оси деформации (рис. 16а).

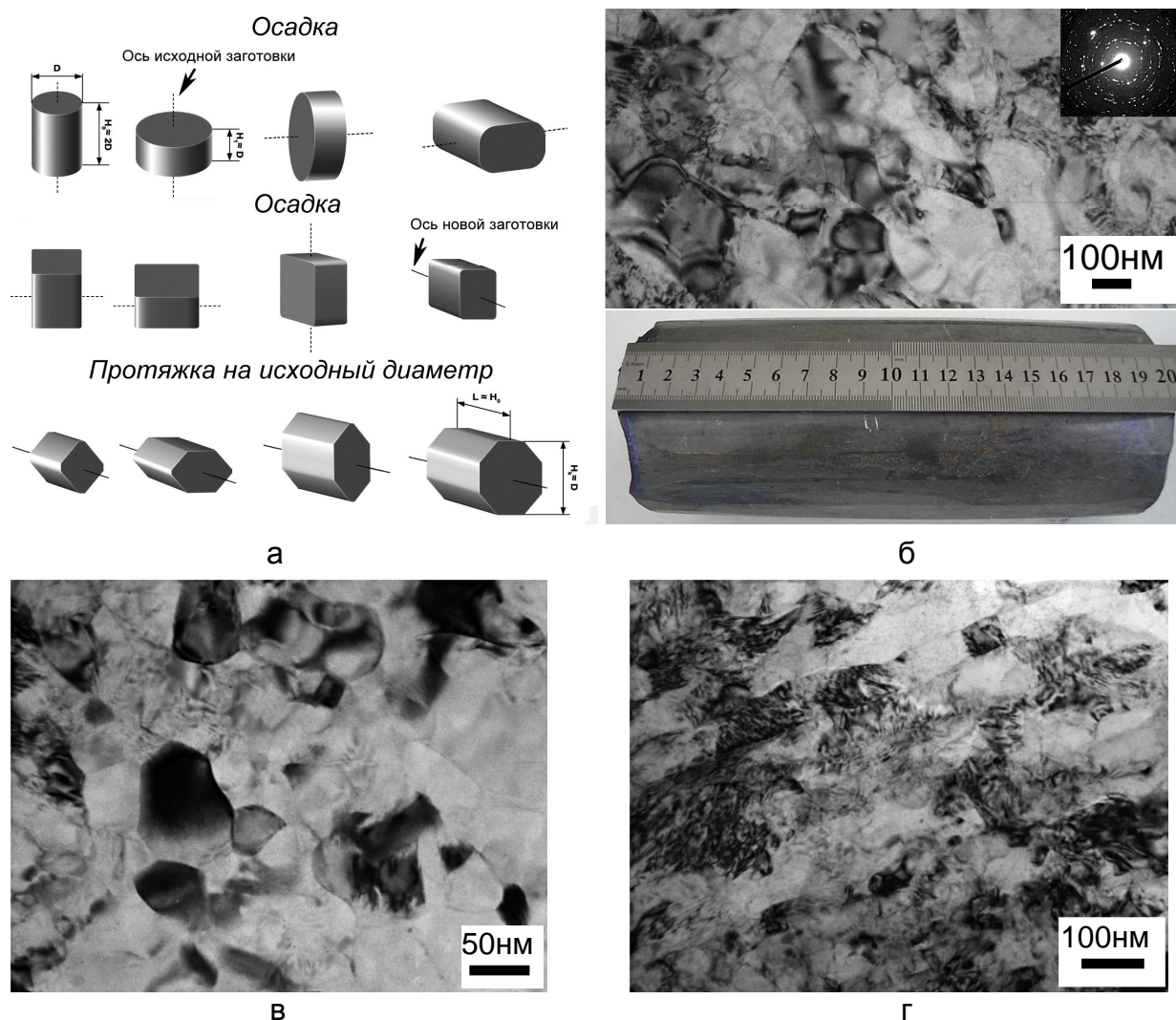


Рисунок 16 - Схема всесторонней изотермической деформации (а), внешний вид и микроструктура заготовки титана ВТ1-0, полученной ВИД в интервале температур 700-450°C (б); ПЭМ изображения микроструктуры титана после ВИД в интервале 700-450°C и последующей прокатки на 93% ($e=2,6$) при 20°C: (в) - плоскость прокатки, (г) - плоскость, перпендикулярная плоскости прокатки и параллельная направлению прокатки.

Формирование УМЗ структуры в таких условиях требует деформации $e \geq 3,5$ (рис. 14). Однако технологическая пластичность исходно крупнозернистого титана в области формирования УМЗ структуры недостаточна для достижения требуемых степеней. Повысить пластичность материала можно измельчая структуру путем ВИД при более высоких температурах, постепенно спускаясь до температур, обеспечивающих требуемый размер зерен. Деформацией в интервале 700-400°C с поэтапным уменьшением температуры на 100-50°C были получены массивные полуфабрикаты с размером зерен 0,3-0,4мкм и однородной

микро- и макроструктурой (рис. 16б). Последующая листовая прокатка УМЗ заготовок при комнатной температуре на 93% ($\epsilon=2,6$) приводит к формированию микроструктуры с вытянутыми в направлении прокатки зернами/субзернами, размер которых составляет $\sim 0,1$ мкм (рис. 16в,г). Предел прочности титана после комбинированной деформационной обработки (ВИД + листовая прокатка) составил $\sigma_b=1010$ МПа, а величина относительного удлинения $\delta=9,3$ %.

Для получения прутковых полуфабрикатов из технически чистого титана был опробован режим комбинированной прокатки, включающий поперечно-винтовую прокатку при 450°C до $\epsilon=0,4$ и затем многопроходную сортовую прокатку при 350°C до $\epsilon=1,0$. На последнем этапе пруток подвергался сортовой прокатке при комнатной температуре до $\epsilon=0,4$. Различные виды прокатки обеспечивали проработку структуры в поверхностных и центральных участках прутка. Были получены прутки $\varnothing 8$ мм со структурой, состоящей из вытянутых зерен/субзерен шириной $0,2$ мкм. Предел прочности таких прутков в продольном направлении составил 1080 МПа, относительное удлинение 12% .

Метод ВИД эффективен и при получении объемных заготовок с глобулярной УМЗ структурой из двухфазных титановых сплавов. Общий подход к выбору режимов ВИД для сплавов в целом подобен изложенному выше для титана. На основании зависимости размера формирующихся в ходе деформации зерен от температуры выбирали температурно-скоростные условия обработки. В реальном процессе первую температуру деформации принимали более высокой для обеспечения достаточной технологической пластичности сплава и формирования в нем однородной мелкозернистой структуры. По мере измельчения структуры температуру деформации последовательно снижали до достижения желаемого размера зерен. Для сплава ВТ6 ВИД начинали при температуре 700°C с постепенным снижением температуры на $100-50^\circ\text{C}$. Минимальная температура деформации зависит от требуемого уровня свойств и химического состава конкретного сплава, однако спуститься ниже 475°C (при этой температуре формировалась структура с размером зерен $\sim 150\text{нм}$) не удавалось вследствие недостаточной пластичности материала. Оптимальной с точки зрения пластичности и получаемых свойств является температура 550°C , когда размер зерен составляет $300-400\text{нм}$, а предел прочности ~ 1300 МПа. При каждой температуре ВИД требуется степень деформации $\epsilon \geq 5$; использование наиболее дисперсного и однородного исходного состояния и контролируемого отжига между проходами ускоряет кинетику формирования УМЗ структуры.

Заготовка размером $\varnothing 150 \times 200$ мм с однородной микро- и макроструктурой со средним размером равноосных зерен $0,4$ мкм была получена ВИД в интервале $700-550^\circ\text{C}$ (рис. 17). Исходное состояние перед деформацией - закалка в воду из β -области. Предел прочности УМЗ сплава составляет 1300 МПа, относительное удлинение $7,5\%$.

Полученные посредством ВИД заготовки использовались для изготовления листов и прутков с УМЗ структурой. Ключевым условием является температура нагрева заготовки под прокатку: слишком высокая температура приводит к росту зерен и ухудшению свойств, а низкая не обеспечивает достаточной степени пластичности. Оценка влияния температуры на структуру и свойства УМЗ сплава ВТ6 показала, что при температурах свыше 600°C начинается разупрочнение за счет увеличения размера зерен и уменьшения плотности дислокаций, а после часового отжига при 650°C прочность материала соответствует уровню обычного термоупрочненного состояния сплава. Таким образом, максимальная температура нагрева заготовок перед прокаткой не должна превышать 650°C.

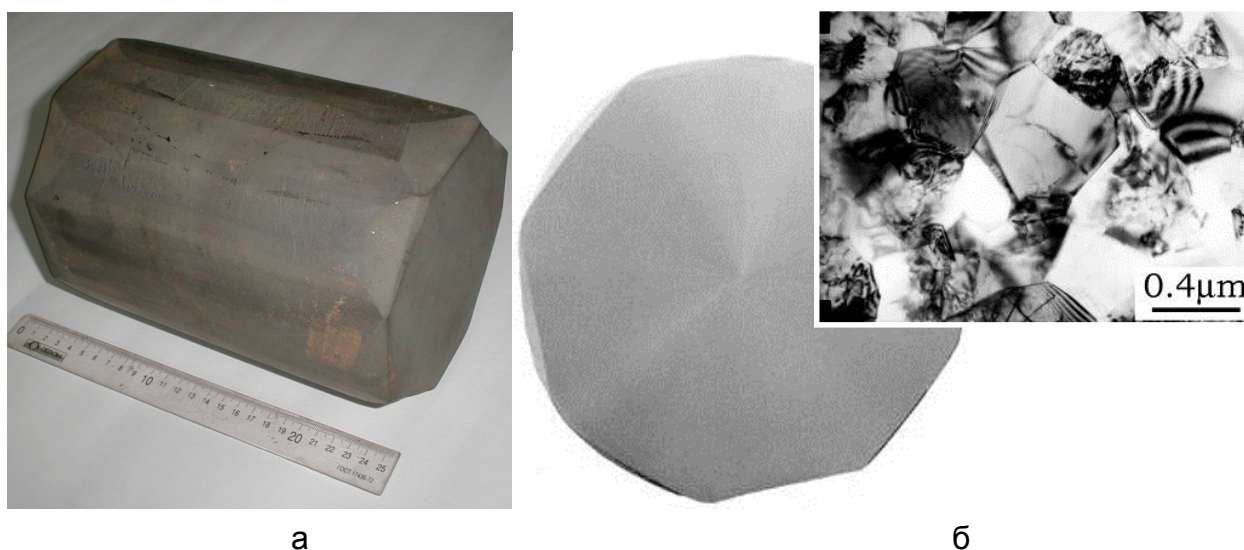


Рисунок 17 - Заготовка, полученная ВИД в интервале 700-550°C. Внешний вид (а); макро- и микроструктура (б).

Прокаткой слябов ВТ6 толщиной 10 мм с предварительно подготовленной УМЗ структурой были получены листы толщиной 1мм с размером зерен около 200нм. Прокатку осуществляли на двухвалковом прокатном стане изотермической прокатки с подогреваемыми до 300°C валками. Заготовки нагревали до 650°C и прокатывали с обжатием 10% за проход, с промежуточными подогревами после каждого прохода. Чтобы избежать острой текстуры и анизотропии свойств направление прокатки на начальных этапах деформации меняли на $\pm 90^\circ$. Прочностные и пластические характеристики листа в направлениях вдоль и поперек прокатки отличаются высокой однородностью и составляют $\sigma_B = 1340 \pm 10 \text{ МПа}$, $\delta = 4,8 \pm 0,8\%$.

Для получения УМЗ прутков из сплава ВТ6 были также опробованы гидростатическая экструзия в интервале температур 600-700°C и ротационная ковка при 400-680°C. Механические свойства сплава после ГЭ рекордно высоки (напряжение течения 1440 МПа, предел прочности 1530 МПа, относительное удлинение 12%), однако монотонная деформация формирует смешанную

глобулярно-ламельную структуру (рис. 18а) с характерной для такого состояния анизотропией механических свойств. Для формирования глобулярной УМЗ структуры в прутковых материалах была использована ротационная ковка. При таком методе, сочетающем дробную сжимающую деформацию по образующей с одновременным поступательно-вращательным движением прутка, в заготовке после $\epsilon=2,6$ формируется полностью глобулярная структура (рис. 18б). Этот результат подтверждает ускорение кинетики формирования глобулярной УМЗ структуры, при использовании немонотонной большой деформации. Ротационная ковка выполнялась при температурах 650-500°C. При этом поверхность прутков была свободна от дефектов, а глобулярная структура с размером зерен 0,4 мкм обеспечивала предел прочности 1300 МПа при относительном удлинении 7,5%. Учитывая высокую технологичность процесса, ротационная ковка представляется весьма перспективной для получения высокопрочных технологичных прутковых полуфабрикатов из титановых сплавов.

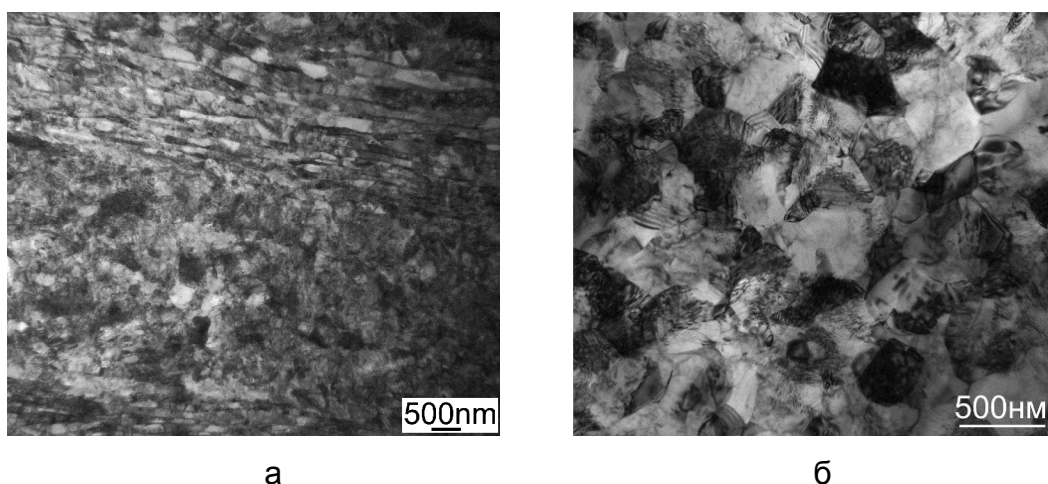


Рисунок 18 - Микроструктура продольного сечения прутков сплава ВТ6, полученных гидростатической экструзией при 600°C ($\epsilon=1,4$) (а); и ротационной ковкой при 650-500°C ($\epsilon=2,6$) (б).

Таким образом, двухфазные титановые сплавы показывают более быструю кинетику формирования УМЗ структуры по сравнению с однофазным титаном. При этом, как для титана, так и для сплавов, немонотонная деформация формирует УМЗ структуру за меньшую степень по сравнению с монотонной деформацией. Посредством различных способов деформации (осадка, листовая, винтовая и сортовая прокатка, гидростатическая экструзия, ротационная ковка) получены крупногабаритные листовые, объемные и прутковые полуфабрикаты из титана ВТ1-0 и ВТ6 с однородной УМЗ структурой и высоким уровнем механических свойств.

В шестой главе для установления границ применимости УМЗ титана и сплава ВТ6 была выполнена всесторонняя оценка механических свойств таких

материалов в соответствии с существующими стандартами (ГОСТ и ASTM) при комнатной и повышенных температурах.

Было установлено, что уменьшение размера зерен в технически чистом титане с 30 до 0,4 мкм посредством ВИД приводит примерно к двукратному повышению пределов текучести и прочности и заметному снижению относительного удлинения (табл.1). Также повышается предел усталостной прочности с 290 МПа до 360 МПа для МЗ и УМЗ состояний, соответственно. Холодная прокатка дополнительно увеличивает прочность УМЗ титана в 1,5 раза, достигая уровня прочности легированных титановых сплавов (табл. 1). В то же время следует отметить существенное, более чем в 2 раза, снижение пластичности.

Показано, что высокую прочность технически чистый титан демонстрирует после гидростатической экструзии при комнатной температуре. Прочность экструдированного образца со смешанной глобулярно-пластичатой структурой на ~30% выше, а относительное удлинение на 20% ниже, чем в материале с однородной УМЗ структурой, полученной ВИД. Повышение температуры экструзии ожидаемо снижает прочность материала, при этом повышая его пластичность, и заметно увеличивая однородную деформацию.

Таблица 1 - Механические свойства технически чистого титана в различных состояниях при комнатной температуре

Обработка (размер зерен)	$\sigma_{0,2}$, МПа	σ_b , МПа	δ , %	ψ , %
МЗ (D=30мкм)	360	490	29	73
ВИД 450°C, (D=0,4мкм)	760	810	20	63
ВИД (D=0,4мкм) + холодная прокатка до $\epsilon=4.5$	1210	1265	9	56
Гидроэкструзия при 20°C, вытяжка $\epsilon=1.8$	985	1080	14	32
Гидроэкструзия при 350°C, вытяжка $\epsilon = 2$	624	765	16	42

В двухфазных титановых сплавах, в отличие от однофазного титана, помимо зернограницного и субструктурного упрочнения уже в исходном состоянии имеется твердорастворное упрочнение и упрочнение межфазными границами. Поэтому свойства УМЗ состояния оценивали в сравнении с термически упрочненным обычным методом (закалка + старение) МЗ состоянием сплава. Поскольку сплав ВТ6 широко используется в авиационной промышленности, в частности для изготовления лопаток компрессоров газотурбинных двигателей, приоритетным являлось определение характеристик прочности, пластичности, усталости и трещиностойкости сплава, а также способности работать при повышенной температуре. Дополнительно было рассмотрено влияние различных деформационно-термических обработок, улучшающих свойства прочности, пластичности, усталости и трещиностойкости УМЗ сплава.

Испытания сплава ВТ6 показывают, что в однородном УМЗ состоянии, полученном ВИД или ротационной ковкой, наблюдается заметный рост

прочностных характеристик на ~25% по сравнению с МЗ (табл. 2). При этом с измельчением структуры происходит уменьшение относительного удлинения и равномерной деформации. Снижение пластичности высокопрочных материалов, включая УМЗ состояния, полученные большой деформацией, обычно связывается с общей тенденцией быстрой потери устойчивости пластического течения вследствие низкой способности материала к деформационному упрочнению.

Таблица 2 - Механические свойства сплава ВТ6 при комнатной температуре

Состояние	$\sigma_{0,2}$, МПа	σ_B , МПа	ψ , %	δ , %	A, Дж/м ²	σ_0 , МПа
УМЗ (D=0,4мкм)	1180	1300	60	7	140	693
УМЗ+ИИ*	1245	1480	50	7	151	720
МЗ (D≈10мкм)	960	1050	32	9	43	580

*модификация поверхности ионами азота (ионная имплантация - ИИ)

Между тем, при сравнительном анализе сплавов различного состава было установлено, что наличие нескольких механизмов упрочнения уже в исходном состоянии сплава ВТ6 снижает упрочняющий эффект от измельчения микроструктуры до УМЗ состояния по сравнению, например, с титаном. Также было обнаружено, что формирование структуры с размером зерен 0,4 мкм в еще более легированном сплаве ВТ22 практически не увеличивает предел прочности (3%) и довольно слабо повышает предел усталости (14%) по сравнению с обычным термоупрочненным состоянием сплава. Поэтому механические свойства УМЗ сплава ВТ22 детально не рассматривались.

Установлено, что данные статических испытаний на растяжение хорошо коррелируют с результатами усталостных испытаний. Оценка предела выносливости УМЗ сплава ВТ6 на базе 2×10^7 циклов по схеме консольного изгиба показала заметное повышение предела усталости (на ~20%) по сравнению с МЗ состоянием. Известно, что общая работа разрушения состоит из работ зарождения и роста трещины. Уменьшение размера зерен обычно сопровождается снижением работы, затрачиваемой на рост трещины, как за счет менее извилистого пути, так и за счет меньшего объема пластической деформации в вершине трещины. Поскольку, предел усталости УМЗ материала в целом повысился, то очевидно, что увеличение работы зарождения трещины из-за общего повышения прочности превосходит снижение работы роста трещины. При этом следует отметить, что измельчение микроструктуры сплава ВТ6 до УМЗ состояния почти не изменяет малоцикловую усталость сплава по сравнению с МЗ.

Обнаружено, что дополнительное твердорастворное упрочнение и дисперсионное твердение, возникающие при модифицировании поверхности образцов УМЗ сплава ионами азота, повышает прочность приповерхностного слоя, что приводит к росту прочности и сопротивления усталости (табл. 2).

Повышение прочности УМЗ сплава ВТ6 на 30% (и на 50% по сравнению с термоупрочненным МЗ состоянием) обеспечивается холодной прокаткой (табл. 3). При этом пластичность сплава ВТ6 практически не меняется. Гидроэкструдированный сплав также показывает заметное повышение механических свойств по сравнению с УМЗ и МЗ состояниями сплава. Как прочность, так и пластичность сплава, подвергнутого экструзии, заметно выше, чем в случае УМЗ и МЗ сплавов. Кроме того экструдированный сплав не склонен к ранней локализации пластической деформации, свойственной остальным высокопрочным состояниям сплава.

Таблица 3 - Механические свойства при комнатной температуре сплава ВТ6 после различных деформационных обработок

Обработка	$\sigma_{0,2}$, МПа	σ_B , МПа	φ , %	δ , %
ВИД ($D=0,4\text{мкм}$) + холодная прокатка, $e=2,5$	1427	1470	50	8
Гидроэкструзия при 600°C	1435	1530	20	12

Результаты ударных испытаний образцов сплава ВТ6 с разным типом микроструктуры приведены в таблице 4. Значения ударной вязкости, полученные на образцах с различными видами концентраторов (U-образный (КСУ), V-образный (КСV) и с введенной усталостной трещиной (КСТ)) ожидаемо показали, что увеличение остроты надреза снижают величину ударной вязкости. Однако, если в МЗ состоянии при переходе от закругленного U – образного надреза к очень острому КСТ концентратору (радиус вершины усталостной трещины сравним с межатомным расстоянием) ударная вязкость уменьшается менее чем в 2 раза, то в УМЗ сплаве подобное изменение остроты надреза снижает ударную вязкость более чем в 4,5 раза. Величины K_{1C} ($30,5 \text{ МПа}\sqrt{\text{м}}$) и $CPTU$ УМЗ сплава следуют общей тенденции снижения с увеличением прочности, при этом трещиностойкость материала соответствует обычным высокопрочным состояниям сплава.

Наиболее очевидный способ увеличить область пластической деформации в вершине трещины и тем самым повысить работу, затрачиваемую на продвижение трещины, связан с отжигом материала, снимающим внутренние напряжения, не приводя к росту зерен. Установлено, что отжиг УМЗ сплава ВТ6 при температуре $620/650^\circ\text{C}$ в течение 1 часа увеличивает КСТ в 2 раза.

Таблица 4 - Вязкость разрушения и ударная вязкость сплава ВТ6

Структура	Предел прочности, МПа	Вязкость разрушения, $\text{МПа}\sqrt{\text{м}}$	Ударная вязкость, МДж/м^2		
			КСУ	КСV	КСТ
УМЗ (0.5 мкм)	1220	30,5	0.37	0.18	0.08
МЗ (10 мкм) термоупрочненный	1050	50	0.45	0.41	0.24
Бимодальная	1435	39	0.43	0.24	0,13

Другой известный подход к повышению пластичности и трещиностойкости УМЗ материала заключается в получении бимодальной микроструктуры с относительно крупными рекристаллизованными зернами в наноструктурной матрице. Обнаружено, что в случае сплава ВТ6 подобная бимодальная микроструктура может быть получена ВИД, если в качестве исходного используется глобулярно-пластинчатое состояние. В процессе деформации пластинчатая составляющая измельчается, образуя УМЗ структуру, тогда как глобулярные частицы первичной альфа фазы претерпевают довольно слабые изменения. После ВИД при 550°C в альфа зернах наблюдаются субграницы и дислокационные скопления, тогда как ВУГ почти не образуются. Размер и объемная доля УМЗ зерен после ВИД при 550°C составляет 300нм и 40%, соответственно. Было показано, что бимодальная структура обладает заметно большей пластичностью при сохранении уровня прочности, типичного для однородной УМЗ структуры. Кроме того, деформационная кривая образца с бимодальной структурой имеет стадию деформационного упрочнения, а на поверхности разорванного образца выявляется деформационный рельеф, со следами множественного скольжения в крупных α -частицах. Таким образом, α -глобули повышают способность материала к деформационному упрочнению, смещая момент потери пластичности к большим степеням деформации, а УМЗ ($\alpha+\beta$)-составляющая обеспечивает высокий уровень прочности.

Было установлено, что вязкость разрушения и ударная вязкость сплава с бимодальной микроструктурой также существенно выше, чем в сплаве с однородной УМЗ структурой (табл. 4), однако ниже чем в МЗ состоянии. Причем разница в значениях ударной вязкости между бимодальным и МЗ состоянием также увеличивается с повышением остроты трещины.

Использование УМЗ сплава ВТ6 в качестве материала для изготовления лопаток газотурбинного двигателя требует высоких значений прочности и выносливости не только при комнатной, но и при повышенных температурах. Проведенные исследования показали, что повышение температуры приводит к более интенсивному снижению прочностных свойств в УМЗ сплаве, чем в МЗ. Примерно одинаковые по величине показатели прочности в ходе кратковременных испытаний оба состояния сплава имеют при температуре 400°C; выше этой температуры в УМЗ сплаве наблюдается резкий рост относительного удлинения, что указывает на приближение к области температур сверхпластической (СП) деформации. В результате ИИ повышенная прочность УМЗ сплава сохраняется до более высоких температур (500°C). Ионная имплантация также задерживает рост пластичности с температурой.

По результатам длительных высокотемпературных испытаний установлено, что жаропрочность сплава ВТ6 в УМЗ состоянии при 250°C несколько ниже, чем в МЗ (значение $S_{0,2/100}^{250}$ соответственно равно 830 и 860 МПа). При повышении

температуры деформации до 350°C разница в значениях $S_{0,2/100}^{350}$ увеличивается до 50% (250 и 655 МПа, соответственно для УМЗ и МЗ состояния). В то же время испытания на длительную прочность при температуре 300°C за время 100 часов показали, что длительная прочность УМЗ образцов при этой температуре, равная 865 МПа, оказалась выше, чем в МЗ - 710 МПа. Таким образом, верхняя граница эксплуатационных температур, до которой в сплаве ВТ6 реализуется преимущество УМЗ состояния, составляет примерно 300°C с возможностью кратковременных нагревов до 400°C.

Исследование технологических свойств показало, что существенно более низкая, по сравнению с обычной, температура СП деформации УМЗ сплава ВТ6 дает преимущества перед серийными технологиями СП штамповки и формовки. Сплав с размером зерен 150 нм при скорости $2 \times 10^{-4} \text{ с}^{-1}$ и температуре 550°C демонстрирует удлинение 1000% и коэффициент скоростной чувствительности $m=0,47$. Экспериментальное моделирование процесса СП формовки позволило сформировать заготовки типа полусферы из УМЗ сплава ВТ6 при критически низких температурах деформации. Наилучшим сочетанием температуры и скорости деформации, обеспечивающим минимальную разнотолщинность полусферы, является формовка при 600°C и начальной скорости деформации $2 \times 10^{-4} \text{ с}^{-1}$.

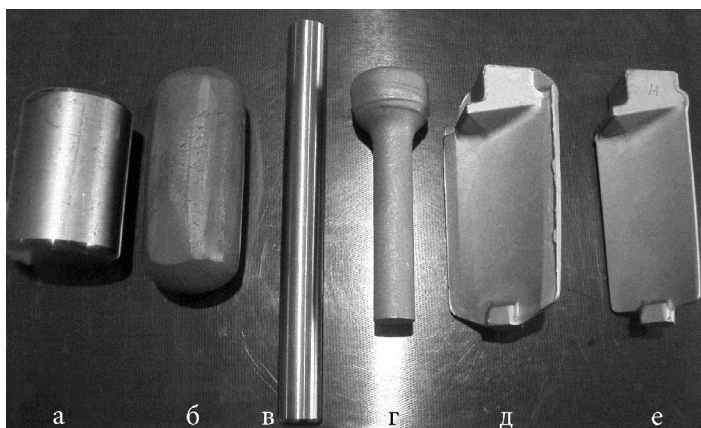


Рисунок 19 - Последовательность операций при изготовлении лопатки ГТД: (а) – мерные заготовки исходного прутка, (б) – УМЗ состояние, полученное всесторонней изотермической деформацией, (в) – кузнечная протяжка, (г) – электровысадка, (д) – штамповка, (е) – готовая лопатка.

Из УМЗ сплава ВТ6 была изготовлена опытная партия лопаток ГТД штамповкой при 700°C, что на 200°C ниже температуры штамповки в серийной технологии. Последовательность операций при изготовлении лопатки ГТД показана на рис. 19. Оценка механических свойств выявила более высокую прочность, усталость и длительную прочность при 300°C и меньшую ударную вязкость УМЗ лопатки по сравнению с лопатками, изготовленными по серийной технологии. При этом свойства лопатки, изготовленной из УМЗ сплава, удовлетворяют требованиям

соответствующего отраслевого стандарта, что позволяет рекомендовать данный материал к использованию для производства лопаток ГТД.

Таким образом, прочность, твердость и многоцикловая усталость титановых сплавов в УМЗ состоянии повышается по сравнению с МЗ, однако, тем меньше, чем выше легированность сплавов и соответствующие вклады твердорастворного и дисперсионного упрочнения. В сплаве ВТ6 при формировании УМЗ структуры снижается равномерное удлинение, ударная вязкость и трещиностойкость при комнатной температуре, кратковременная и длительная прочность при температурах выше 300°C по сравнению с термоупрочненным МЗ состоянием. Дополнительное увеличение характеристик статической и усталостной прочности УМЗ титановых сплавов обеспечивается холодной деформацией или ионной имплантацией, а пластичность, вязкость и трещиностойкость сплава ВТ6 могут быть повышены при формировании структуры бимодального типа, состоящей из микронного размера частиц α -фазы в УМЗ смеси α - и β -частиц. Уменьшение размера зерен до 150 нм в сплаве ВТ6 позволяет наблюдать эффект сверхпластичности при критически низкой температуре 550°C с показателями, характерными для обычной высокотемпературной сверхпластичности. Это может быть использовано для изготовления изделий сложного профиля в режиме низкотемпературной сверхпластичности.

Основные выводы:

1. На основании исследования зависимости размеров зерен (D) от напряжения течения $\sigma_s \propto D^{-N}$ и эволюции микроструктуры титана в α -области выявлены три участка с различными значениями экспоненты N , на которых формирование микроструктуры контролируется разными механизмами. При N равной 0,83 на участке низких σ_s ($T > 0,5T_{пл.}$ - горячая деформация) основной механизм - прерывистая динамическая рекристаллизация; при $N = 0,38$ на участке умеренных σ_s ($T \approx 0,35-0,5T_{пл.}$ - теплая деформация) - двойникование, фрагментация и непрерывная динамическая рекристаллизация и при $N = 0,93$ на участке высоких σ_s ($T < 0,35T_{пл.}$ - холодная деформация) - двойникование и фрагментация.
2. Показано, что интенсификация двойникования при снижении температуры, увеличении размера зерен и уменьшении количества примесей ускоряет кинетику формирования ультрамелкозернистой структуры в титане в ходе большой деформации. Установлено, что деформационное двойникование измельчает микроструктуру до размеров зерен 0,6 и 0,9 мкм в ходе прокатки при -196 и 20°C, соответственно, после чего двойникование прекращается и дальнейшее уменьшение размеров зерен происходит преимущественно за счет фрагментации.
3. Установлено, что в двухфазных титановых сплавах трансформация пластинчатой структуры в глобулярную в ходе деформации и последующего отжига при $T < 0,55T_{пл.}$ контролируется делением α -пластин по механизму

образования канавок и последующей сфероидизацией остатков α -фазы по растворно-осадительному механизму, что в целом аналогично наблюдаемому при деформации в верхней части двухфазной области при $T > 0,55T_{пл.}$. Выявлено увеличение вклада сдвиговой деформации в процесс деления пластин с уменьшением температуры деформации. Выполнен расчет энергии террасированной межфазной границы в двухфазных титановых сплавах и показано изменение энергии межфазной границы с деформацией. Показана, зависимость кинетики сфероидизации от разориентировки внутрифазных и энергии межфазных границ. В ходе деформации сплава ВТ6 при 800°C до $\epsilon = 0,4-0,5$ обнаружено увеличение энергии межфазных границ с 0,053 до 0,27 Дж/м², сопровождаемое потерей их когерентности, и повышение средней разориентировки внутрифазных α/α границ до высокоугловой, что приводит к заметному ускорению сфероидизации.

4. Установлено, что увеличение количества более пластичной β -фазы в сплавах переходного класса ВТ22 и ВТ30 с замедляет деление и сфероидизацию α -пластин по сравнению со сплавами мартенситного класса. В то же время распад метастабильной β -фазы с образованием дисперсных α -частиц в ходе деформации способствует формированию УМЗ структуры.

5. Показано, что структура с размером зерен менее 1 мкм в титане формируется при температурах деформации ниже 550°C, а при температуре -196°C образуются зерна /субзерна ~80 нм. В двухфазных сплавах УМЗ структура формируется в ходе деформации при температуре ниже 650°C, а минимально достигнутый размер зерен в образце сплава ВТ6 составляет ~150 нм после деформации при 475°C.

6. Исследовано формирование УМЗ структуры в титане и двухфазных титановых сплавах в ходе различных способов деформации (осадка, всесторонняя изотермическая деформация, листовая, винтовая и сортовая прокатки, равноканальное угловое прессование, гидростатическая экструзия, винтовая экструзия, ротационная ковка). Предложено модифицированное уравнение Джонсона-Мела-Аврами-Колмогорова, позволяющее определить кинетику измельчения структуры в зависимости от маршрута деформации, типа и дисперсности исходной структуры и установить степень деформации, достаточную для формирования однородной УМЗ структуры в титановых сплавах. Показана более быстрая кинетика измельчения микроструктуры в двухфазных сплавах с пластинчатой морфологией фаз по сравнению с титаном. Установлено, что эффект Баушингера и повышение коэффициента Тейлора замедляют эволюцию структуры на начальных этапах немонотонной деформации, однако за счет пересечения границ деформационного происхождения происходит постепенное ускорение кинетики измельчения, позволяющее получить УМЗ структуру при меньшей степени, чем при монотонной деформации.

7. Для титана BT1-0 и титанового сплава BT6 разработаны и опробованы режимы деформационно-термической обработки с использованием стандартных методов обработки металлов давлением (осадка, листовая, винтовая и сортовая прокатка, гидростатическая экструзия, ротационная ковка), позволяющие получать крупногабаритные листовые ($500 \times 250 \times 0,3$ мм и $1500 \times 250 \times 1$ мм из BT1-0 и BT6, соответственно), объемные ($\varnothing 80 \times 200$ мм и $\varnothing 150 \times 200$ мм из BT1-0 и BT6, соответственно) и прутковые (диаметр до 15 мм, длина более 1500 мм для обоих материалов) полуфабрикаты с однородной УМЗ структурой и высоким уровнем механических свойств.

8. Исследование механических свойств при комнатной температуре УМЗ титана ($D=0,4$ мкм), полученного всесторонней изотермической деформацией, показало, в сравнении с МЗ состоянием ($D=30$ мкм), увеличение предела текучести с 360 до 760 МПа, предела прочности с 490 до 810 МПа и предела выносливости с 290 до 360 МПа при снижении относительного удлинения с 29 до 20%. Установлено увеличение предела прочности УМЗ титана после холодной прокатки с 760 до 1265 МПа при снижении относительного удлинения с 20 до 9%.

9. Изучение механических свойств при комнатной температуре сплава BT6 с УМЗ структурой (0,4 мкм) показало по сравнению с МЗ термоупрочненным (закалка и старение) состоянием увеличение предела прочности с 1050 до 1300 МПа и предела выносливости с 580 до 690 МПа при близких значениях относительного удлинения. Вязкость разрушения K_{1C} с измельчением микроструктуры снижается с ~ 50 до $30,5 \text{ МПа}\sqrt{\text{м}}$ а ударная вязкость KCU, KCV и KCT с 0,45, 0,41 и 0,24 МДж/м² до 0,37, 0,18 и 0,08 МДж/м², соответственно. Более высокая прочность УМЗ сплава сохраняется при кратковременных испытаниях до 400°C и длительных до 250-300°C.

10. Установлено снижение эффективности зернограницного и субструктурного упрочнения при измельчении микроструктуры до УМЗ диапазона с увеличением легированности сплава. Показано, что измельчение микроструктуры титана с 30 до $\sim 0,4$ мкм приводит к увеличению предела прочности на 65%, тогда как в сплавах BT6 и BT22 прочность УМЗ микроструктуры выше, чем в термоупрочненном состоянии на 24% и 3%, соответственно. Подобная тенденция наблюдается и для усталостной прочности.

11. Предложен способ повышения пластичности, вязкости и трещиностойкости УМЗ сплава BT6, заключающийся в формировании структуры бимодального типа с глобулярными зернами α -фазы микронного размера в УМЗ смеси α - и β -фаз. Сплав с бимодальной структурой демонстрирует, по сравнению с однородной УМЗ структурой, повышение пластичности с 7% до 11%, ударной вязкости KCU, KCV и KCT до 0,43, 0,24 и 0,13 МДж/м², соответственно и вязкости разрушения до $39 \text{ МПа}\sqrt{\text{м}}$ при уровне прочности в обоих случаях ~ 1300 МПа. Установлено увеличение прочности на $\sim 14\%$, в том числе и при повышенных температурах до

~500°C, и предела усталости на ~4% УМЗ сплава ВТ6, подвергнутого поверхностной модификации ионами азота (ионной имплантации). Показано, что холодная прокатка УМЗ сплава ВТ6 дополнительно повышает предел прочности с 1162 до 1470 МПа при сохранении значений характеристик пластичности.

12. Определены оптимальные режимы низкотемпературной сверхпластичности сплава ВТ6 с УМЗ структурой ($D = 150\text{ нм}$): скорость $2 \times 10^{-4} \text{ с}^{-1}$ и $T=550^\circ\text{C}$, при этом УМЗ сплав показывает удлинение 1000% и коэффициент скоростной чувствительности $m=0,47$. Была сформирована заготовка типа полусферы при критически низких температурах сверхпластической деформации 600°C и начальной скорости деформации $2 \times 10^{-4} \text{ с}^{-1}$. Штамповкой при 700°C (что на 200°C ниже температуры серийной обработки) изготовлена опытная партия лопаток ГТД из УМЗ сплава ВТ6 с более высокими, по сравнению с серийными лопатками, характеристиками прочности, усталости и длительной прочности.

Основные публикации по теме диссертационной работы

Статьи, опубликованные в рецензируемых научных журналах и изданиях, определенных ВАК:

1. Формирование субмикроструктурной структуры в титановом сплаве ВТ30 / С.В. Жеребцов [и др.] // ФММ. - 1999. - Т.87, №4. - С.66-71.
2. Формирование субмикроструктурной структуры в титановых сплавах интенсивной пластической деформацией и их механические свойства / С.В. Жеребцов [и др.] // КШП. - 1999. - №7. - С. 17-22.
3. Влияние субмикроструктурной структуры на усталостную прочность титанового сплава ВТ6 / С.В. Жеребцов [и др.] // Перспективные материалы. - 1999. - №6. - С.16-23.
4. Механические свойства титанового сплава ВТ6 с субмикроструктурной структурой / Г.А. Салищев, Р.М. Галеев, С.В. Жеребцов [и др.] // Металлы. - 1999. - №6. - С.84-87.
5. Influence of reversible hydrogen alloying on formation of SMC structure and superplasticity of titanium alloys / G.A. Salishchev, M.A. Murzinova, S.V. Zharebtsov [et al.] // Mater. Sci. Forum. - 2001. - Vols.357-359. - P.315-320.
6. Zharebtsov, S.V. Formation of submicrocrystalline structure in titanium and its alloy under severe plastic deformation / S.V.Zharebtsov, G.A.Salishchev, R.M. Galejev // Defect and Diffusion Forum. - 2002. - Vols.208-209. - P.237-240.
7. Салищев, Г.А. Формирование мезоструктуры и механическое поведение титана в ходе большой пластической деформации / Г.А. Салищев, С.В. Жеребцов, С.Ю. Миронов // Вопросы Материаловедения. - 2003. - Т.1, №33. - С.175-184.
8. Development of submicrocrystalline titanium alloys using "abc" isothermal forging / G.A. Salishchev, S.V. Zharebtsov [et al.] // Mater. Sci. Forum. - 2004. - Vols.447-448. - P.459-464.

9. Mironov, S.Yu. Microstructure and texture evolution during continuous dynamic recrystallization at warm deformation of titanium / S.Yu. Mironov, G.A. Salishchev, S.V. Zharebtsov // Mater. Sci. Forum. - 2004. - Vols.467-470. - P.1211-1215.
10. Production of submicrocrystalline structure in large-scale Ti-6Al-4V billet by warm severe deformation processing / S.V. Zharebtsov [et al.] // Scripta Mater. - 2004. - Vol.51. - P.1147-1151.
11. Mechanical properties of Ti-6Al-4V titanium alloy with submicrocrystalline structure / S.V. Zharebtsov [et al.] // Mater. Trans. - 2005. - Vol.46, №9. - P.2020-2025.
12. Формирование субмикроструктурной структуры в титане и титановых сплавах и их механические свойства / Г.А. Салищев, Р.М. Галеев, С.П. Малышева, С.В. Жеребцов [и др.] // МТМ. - 2006. - №2. - С.19-26.
13. Salishchev, G.A. Mechanisms of submicrocrystalline structure formation in titanium and two-phase titanium alloy during warm severe processing / G.A. Salishchev, S.Yu. Mironov, S.V. Zharebtsov // Rev. Adv. Mater. Sci. - 2006. - №11. - P.152-158.
14. Zharebtsov, S.V. Submicrocrystalline structure formation in Ti and Ti-6Al alloy by warm "abc" deformation / S.V. Zharebtsov, S.Yu. Mironov, G.A. Salishchev // Mater. Sci. Forum. - 2007. - Vols.551-552. - P.183-188.
15. Практические аспекты применения титановых сплавов с нанокристаллической структурой / Г.А. Салищев, С.В. Жеребцов [и др.] // Титан. - 2007. - Т.21, №2. - С.49-56.
16. Effect of hydrostatic extrusion at 600–700°C on the structure and properties of Ti–6Al–4V alloy / S.V. Zharebtsov [et al.] // Mater. Sci Eng. A. - 2008. - Vol.485. - P.39-45.
17. Mechanical behaviour and microstructure evolution of severely deformed two-phase titanium alloys / S.V. Zharebtsov [et al.] // Mater. Sci. Forum. - 2008. - Vols.584-586. - P.771-776.
18. Mechanical properties of Ti–6Al–4V titanium alloy with submicrocrystalline structure produced by multiaxial forging / G. Salishchev, S. Zharebtsov [et al.] // Mater. Sci. Forum. - 2008. - Vols.584-586. - P.783-788.
19. Malysheva, S. Production of nanostructure in titanium by cold rolling / S. Malysheva, G. Salishchev, S. Mironov, S. Zharebtsov // Mater. Sci. Forum. - 2008. - Vols.584-586. - P.759-764.
20. Microstructure evolution during warm working of Ti–6Al–4V with a colony- α microstructure / S. Mironov, M. Murzinova, S. Zharebtsov [et al.] // Acta Mater. - 2009. - Vol.57. - P.2470-2481.
21. Zharebtsov, S. Strengthening of a Ti–6Al–4V titanium alloy by means of hydrostatic extrusion and other methods / S. Zharebtsov, G. Salishchev, W. Lojowski // Mater. Sci. Eng. A. - 2009. - Vol.515. - P.43-48.
22. Исследование механических свойств титановых сплавов с субмикроструктурной структурой / Г.А. Салищев, С.В. Жеребцов [и др.] // Титан. - 2009. - №1. - С.20-25.

23. Применение титановых сплавов с субмикрокристаллической структурой для изготовления деталей авиадвигателей / Г.А. Салищев, С.В. Жеребцов [и др.] // Перспективные материалы. - 2009. - №7. - С.280-285.
24. Salishchev, G. Changes in misorientations of grain boundaries in titanium during deformation / G. Salishchev, S. Mironov, S. Zharebtsov, A. Belyakov // Materials Characterization. - 2010. - Vol.61. - P.732-739.
25. Structure and properties of hydrostatically extruded commercially pure titanium / S. Zharebtsov [et al.] // Mater. Sci. Eng. A. - 2010. - Vol.527. - P.5596-5603.
26. Zharebtsov, S. Loss of coherency of the α/β interface boundary in titanium alloys during deformation / S. Zharebtsov, G. Salishchev, S.L. Semiatin // Phil. Mag. Letters. - 2010. - Vol.90, №12. - P.903-914.
27. Zharebtsov, S. Mechanisms of microstructure refinement in titanium during “abc” deformation at 400°C / S. Zharebtsov, E. Kudryavtsev, G. Salishchev // Mater. Sci. Forum. - 2011. - Vols.667-669. - P.439-444.
28. Evolution of grain and subgrain structure during cold rolling of commercial-purity titanium / S.V. Zharebtsov [et al.] // Mater. Sci. Eng. A. - 2011. - Vol.528. - P.3474-3479.
29. Spheroidization of the lamellar microstructure in Ti-6Al-4V alloy during warm deformation and annealing / S.V. Zharebtsov [et al.] // Acta Mater. - 2011. - Vol.59. - P.4138-4150.
30. Strength and ductility-related properties of ultrafine grained two-phase titanium alloy produced by warm multiaxial forging / S.V. Zharebtsov [et al.] // Mater. Sci. Eng. A. - 2012. - Vol.536. - P.190-196.
31. Жеребцов, С.В. Динамическая сфероидизация пластинчатой структуры двухфазного титанового сплава ВТ6 в ходе деформации при 800°C / С.В. Жеребцов // Деформация и разрушение материалов. - 2012. - №10. - С.16-24.
32. Эффективность применения метода интенсивной пластической деформации в технологическом процессе получения штамповок лопаток компрессора ГТД / В.В. Латыш, Г.А. Салищев, И.В. Кандаров, С.В. Жеребцов [и др.] // КШП-ОМД. - 2012. - № 8. - С.18-25.
33. Влияние теплой ротационнойковки на структуру и свойства титанового сплава ВТ6 / С.В. Жеребцов [и др.] // Вестник УГАТУ. - 2012. - Т.16. - № 7(52). - С.30-34.
34. Жеребцов, С.В. Эффективность упрочнения титана и титановых сплавов различного класса при формировании ультрамелкозернистой структуры большой пластической деформацией / С.В. Жеребцов // Металлы. - 2012. - №6 С.63-69.
35. Loss of coherency and interphase α/β angular deviation from the Burgers orientation relationship in a Ti-6Al-4V alloy compressed at 800°C / M. Cabibbo, S. Zharebtsov, [et al.] // J. Mater. Sci. - 2013. - Vol.48. - P.1100-1110
36. Salishchev, G.A. Low temperature superplasticity of Ti-6Al-4V processed by warm multidirectional forging / G.A. Salishchev, E.A. Kudryavtsev, S.V. Zharebtsov, S.L. Semiatin // Mater. Sci. Forum. - 2013. - Vol.735. - P.253-257.

37. Formation of nanostructures in commercial-purity titanium via cryo-rolling / S.V. Zharebtsov [et al.] // Acta Mater. - 2013. - Vol.61. - P. 1167-1178.
38. Microstructure evolution during warm working of Ti-5Al-5Mo-5V-1Cr-1Fe at 600 and 800°C / S.V. Zharebtsov [et al.] // Mater. Sci. Eng. A. - 2013. - Vol.563. - P. 168-176.

Патенты:

1. Патент РФ №2196189, 11.03.2001 / Способ обработки заготовок, преимущественно крупногабаритных, из ($\alpha+\beta$)-титановых сплавов // Галеев Р.М., Валиахметов О.Р., Жеребцов С.В., Кайбышев О.А., Салищев Г.А. - Зарегистрирован в Гос. Реестре изобр. РФ 10.01.2003.
2. Патент РФ на полезную модель №95030 от 26.01.2009 / Рабочая лопатка турбомшины из титанового сплава // Смыслов А.М., Смыслова М.К., Мингажев А.Д., Дыбленко Ю.М., Селиванов К.С., Салищев Г.А., Павлинич С.П., Зубарев Г.И., Жеребцов С.В.
3. Патент РФ 2010133011 / Способ обработки крупногабаритных заготовок из титановых сплавов // Салищев Г.А., Жеребцов С.В., Лопатин Н.В., Дьяконов Г.С.. - Заявл. 05.08.2010; решение о выдаче патента 22.08.2011.